UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Estudo experimental de uma abordagem transiente para estimação simultânea de propriedades térmicas dependentes da temperatura em materiais metálicos

Mariana de Melo Antunes

Itajubá, 23 de Fevereiro de 2023

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Mariana de Melo Antunes

Estudo experimental de uma abordagem transiente para estimação simultânea de propriedades térmicas dependentes da temperatura em materiais metálicos

Dissertação submetida ao Programa de Pós- Graduação em Engenharia Mecânica como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Ciências em Engenharia Mecânica.

Área de Concentração: Térmica, Fluidos e Máquinas de Fluxo

Orientador: Prof. Dr. Sandro Metrevelle Marcondes de Lima e Silva

Fevereiro de 2023 Itajubá

DE MELO ANTUNES, Mariana

Estudo experimental de uma abordagem transiente para estimação simultânea de propriedades térmicas dependentes da temperatura em materiais metálicos/ Mariana de Melo Antunes – Itajubá: UNIFEI, 2023.

95p.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de Itajubá, 2023. Orientador: Prof. Dr. Sandro Metrevelle Marcondes de Lima e Silva

> Problemas Inversos em Condução de Calor – Propriedades Térmicas de Metais – Estimação Simultânea

I. Lima E Silva, Sandro M. M. II. Universidade Federal de Itajubá III. Estudo experimental de uma abordagem transiente para estimação simultânea de propriedades térmicas dependentes da temperatura em materiais metálicos.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Mariana de Melo Antunes

Estudo experimental de uma abordagem transiente para estimação simultânea de propriedades térmicas dependentes da temperatura em materiais metálicos

Dissertação aprovada por banca examinadora em 23 de Fevereiro de 2023, conferindo ao autor o título de **Mestre em Ciências em Engenharia Mecânica**

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Alisson Augusto Azevedo Figueiredo - UEMA
Prof. Dr. Antonio Augusto Araújo Pinto da Silva - UNIFEI
Prof. Dr. Sandro Metrevelle Marcondes de Lima e Silva (Orientador)
- UNIFEI

Itajubá 2023

Dedicatória

À minha família pelo apoio e confiança em cada passo meu.

Agradecimentos

Acima de tudo agradeço à minha família. Em especial aos meus pais, Antonio e Lucimar, e minhas irmãs, Natalia e Kamila, pelo exemplo de força, coragem e bondade que desde cedo me inspira pessoal e profissionalmente. Ao meu cunhado, Marcelo, por me trazer à Engenharia Mecânica, e aos meus sobrinhos, Antonio e José, que mesmo tão pequenos já me ensinam tanto.

Ao meu orientador, Sandro Metrevelle Marcondes de Lima e Silva, por todas as oportunidades a mim confiadas, por cada ensinamento e por seu apoio fundamental em cada etapa da minha graduação e mestrado.

A todos os membros do Laboratório de Transferência de Calor – LabTC UNIFEI com quem tive o prazer de trabalhar e conviver diariamente. Em especial a Nícolas Pinheiro Ramos, responsável por impulsionar grande parte do meu trabalho e por cada final de semana que passei no laboratório. Esse trabalho é nosso.

Aos meus amigos, Bruno Afonso, Lucca Caires, Mario Silva, Vinicius Pereira, Ygor Morais e Yuri Rabelo, que mesmo distantes continuam a alegrar meus dias.

Às minhas amigas, Andreia Delfino e Rafaela Lopes, meus grandes exemplos, pelo apoio e carinho e às mulheres extraordinárias da República Delas por terem compartilhado comigo muito mais do que sua casa, mas grandes momentos, histórias e alegrias.

Às agências de fomento CAPES, CNPq e FAPEMIG, bem como ao Instituto de Engenharia Mecânica – IEM UNIFEI pelo suporte financeiro e apoio ao LabTC.

Epígrafe

"Eu quase que nada não sei, mas desconfio de muita coisa."

João Guimarães Rosa, O Grande Sertão: Veredas

Resumo

De Melo Antunes, M. (2023), Estudo experimental de uma abordagem transiente para estimação simultânea de propriedades térmicas dependentes da temperatura em materiais metálicos, Itajubá, 95p. Dissertação de Mestrado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Itajubá

No presente trabalho descreve-se o estudo de uma técnica experimental para a estimação simultânea e variando com temperatura da condutividade térmica, k, e do calor específico, c_p , em amostras de diferentes materiais metálicos em uma faixa de 20 °C até mais de 150 °C. São utilizados dois modelos térmicos baseados na difusão de calor transiente e não linear através de amostras metálicas sujeitas à diferentes condições de contorno. No primeiro modelo, unidimensional (1D), toda superfície superior das amostras é sujeita a um fluxo de calor constante enquanto as demais superfícies são mantidas isoladas. No segundo modelo, tridimensional (3D), apenas parte da superfície superior é aquecida por este fluxo de calor enquanto a condição de isolamento térmico é mantida nas demais superfícies. Nos dois modelos o efeito da resistência de contato é considerado como um fator de redução no fluxo de calor entregue durante os experimentos, consequência do contato imperfeito na interface aquecedoramostra. O modelo tridimensional utilizado permite avaliar melhor os efeitos da difusão do calor, aumentando a sensibilidade e abordando um estudo de caso mais realista. Por meio da análise de sensibilidade é possível obter informações prévias sobre a viabilidade da estimação e estabelecer os aspectos experimentais do processo de estimação. O critério de sensibilidade D-ótimo é aplicado para determinar o melhor local para coleta de medidas de temperatura para que os dados de um único termopar sejam suficientes para a estimação das propriedades térmicas. A análise térmica é realizada em amostras de aços inoxidáveis austeníticos 304 e 316, em aço carbono 1045 e no compósito metal duro WC10Co. O problema direto é resolvido no software COMSOL Multiphysics, que calcula a distribuição de temperatura na amostra a partir da geometria e condições iniciais e de contorno fornecidas. Para solução do problema inverso em condução de calor é aplicado o método de Levenberg-Marquardt (L-M), capaz de estimar propriedades térmicas simultaneamente e variando com a temperatura fazendo uso de medidas experimentais transientes obtidas em um único experimento em temperatura ambiente. O Método da Função Especificada Não-Linear é usado para confirmar a confiabilidade da técnica inversa de estimação aplicada na obtenção das propriedades térmicas. Dessa forma, os resultados obtidos na estimação são utilizados para verificar o fluxo de calor imposto na amostra. Além disso, o estudo estatístico dos intervalos de confiança e a comparação com a literatura confirmam a qualidade dos resultados. Finalmente, a acurácia do método

desenvolvido é investigada por meio da análise dos erros provenientes dos processos experimental e numérico. Verifica-se que não há variação significativa na dispersão dos dados obtidos para o calor específico, mantendo intervalo de confiança de 0,5% independente do material. Já para a condutividade térmica é verificada forte influência da sensibilidade, com intervalos de confiança variando de 1 a 6%, sendo o menor deles correspondente ao modelo térmico 3D, que fornece maior sensibilidade para o parâmetro. Além disso, a análise de erros indica que a incerteza relativa do processo de estimação é de cerca de 6%.

Palavras-chave: propriedades térmicas dependentes da temperatura; materiais metálicos; estimação simultânea; análise de sensibilidade; problemas inversos em condução de calor.

Abstract

De Melo Antunes, M. (2023), *Experimental study of a transient approach to simultaneously estimate temperature-dependent thermal properties of a metallic material*, 95p. Master Dissertation – Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Itajubá.

This work describes an experimental and straightforward technique towards the simultaneous estimation of temperature-dependent thermal conductivity, k, and specific heat, c_v , in samples of different metallic materials, ranging from 20°C to more than 150 °C. Two thermal models based on transient nonlinear heat conduction across the metallic samples are applied. In the first one, one-dimensional (1D), the whole upper surface is heated by a constant heat flux and the other surfaces are kept insulated. The second one, three-dimensional (3D), is only partially subject to a constant heat flux on the upper side, and insulated on the other surfaces. The imperfect contact at the heater-plate interface in both cases causes contact resistance effect, which is considered as a reducing agent on heat flux. This enabled one better assess the heat diffusion effects, increasing the sensitivity, and addressing a more realistic case study. Through sensitivity analysis, it is possible to obtain prior information about estimation feasibility and establish all experimental aspects. D-optimality-based sensitivity analysis was used to determine the best location to collect the measurements so that data from a single thermocouple were sufficient to identify these thermal properties. Thermal analysis has been performed in 304 and 316 autenitic stainless steels, 1045 carbon steel and in hardmetal composite WC10Co. The direct problem was solved in COMSOL Multiphysics, obtaining the temperature field from known initial and boundary conditions. The Levenberg–Marquardt (L-M) method is employed to provide the solution to an inverse heat conduction problem capable of simultaneously evaluating the temperature-dependent thermophysical properties using transient temperature measurements at room temperature. Nonlinear Function Specification Method is used to confirm the reliability of the inverse estimation technique by using the achieved outcomes to recover the heat flux imposed on the test plate. Furthermore, the statistical study into confidence bounds and comparison with literature reveal the robustness of the results. Finally, the accuracy of the developed approach is investigated through the analysis of the errors deriving from experimental and numerical procedures. It is verified that there is no significant variation in the dispersion of the data obtained for specific heat, maintaining 0.5% confidence bounds regardless of the material. For thermal conductivity, a strong influence of sensitivity is verified, with confidence bounds ranging from 1 to 6%, with the lowest value corresponding to the 3D

thermal model, which provides greater sensitivity for the parameter. Furthermore, error analysis indicates that the relative uncertainty of the estimation process is around 6%.

Keywords: temperature-dependent thermal properties; metallic materials; simultaneous estimations; sensitivity analysis; inverse heat conduction problems.

Lista de Figuras

Figura 3. 1 – Esquema representativo do modelo térmico unidimensional
Figura 3. 2 - Esquema representativo do modelo térmico tridimensional
Figura 3. 3 – Modelo unidimensional; (a) geometria construída no COMSOL; (b) Malha
adotada no cálculo das temperaturas
Figura 3. 4 - Modelo tridimensional; (a) geometria construída no COMSOL; (b) Malha
adotada no cálculo das temperaturas
Figura 4. 1 – Coeficientes de sensibilidade modificados para diferentes posições do modelo
térmico unidimensional para (a) aço inoxidável 304; (b) aço inoxidável 316; (c) aço carbono
1045; (d) metal duro WC10Co
Figura 4. 2 – Resultados para o critério de sensibilidade D-ótimo em todas as superfícies da
amostra. Vista desdobrada com localização do termopar58
Figura 4.3 - Diagrama esquemático do arranjo experimental empregado para estimar as
propriedades térmicas dependentes da temperatura, com a vista explodida do conjunto de
teste
Figura 5. 1 – Coeficientes de sensibilidade modificados para k calculados em $x = L$ para todos
os materiais em estudo no modelo unidimensional62
Figura 5. 2 - Coeficientes de sensibilidade modificados para c_p calculados em $x = L$ para todos
os materiais em estudo no modelo unidimensional63
Figura 5. 3 – Comparação dos coeficientes de sensibilidade modificados para k nos modelos
1D e 3D para o aço inoxidável 30464
Figura 5. 4 - Comparação dos coeficientes de sensibilidade modificados para c_p nos modelos
1D e 3D para o aço inoxidável 30465
Figura 5. 5 - Condutividade térmica em função da temperatura para o aço inoxidável 304 3D.
Comparação da curva estimada com a apresentada por Valencia e Quested (2008)67
Figura 5. 6 – Calor específico em função da temperatura para o aço inoxidável 304 3D.
Comparação da curva estimada com a apresentada por Valencia e Quested (2008)67
Figura 5. 7 – Comparação entre as temperaturas experimentais (Y) e numéricas (T) obtidas
para o aço inoxidável 304 tridimensional69
Figura 5. 8 - Condutividade térmica em função da temperatura para o aço inoxidável 316 1D.
Comparação da curva estimada com a apresentada por Valencia e Quested (2008)70
Figura 5.9 – Calor específico em função da temperatura para o aço inoxidável 316 1D.
Comparação da curva estimada com a apresentada por Valencia e Quested (2008)70

Figura 5. 10 - Comparação entre as temperaturas experimentais (Y) e numéricas (T) obtidas
para o aço inoxidável 316 unidimensional71
Figura 5. 11 - Condutividade térmica em função da temperatura para o aço inoxidável 304 1D.
Comparação da curva estimada com a apresentada por Valencia e Quested (2008)72
Figura 5. 12 – Calor específico em função da temperatura para o aço inoxidável 304 1D.
Comparação da curva estimada com a apresentada por Valencia e Quested (2008)73
Figura 5. 13 - Comparação entre as temperaturas experimentais (Y) e numéricas (T) obtidas
para o aço inoxidável 304 unidimensional74
Figura 5. 14 - Condutividade térmica em função da temperatura para o aço carbono 1045 1D.
Comparação da curva estimada com a apresentada por Grzesik e Nieslony (2004)75
Figura 5. 15 – Calor específico em função da temperatura para o aço carbono 1045 1D.
Comparação da curva estimada com a apresentada por Grzesik e Nieslony (2004)75
Figura 5. 16 - Comparação entre as temperaturas experimentais (Y) e numéricas (T) obtidas
para o aço carbono 1045 unidimensional77
Figura 5. 17 - Condutividade térmica em função da temperatura para o metal duro WC10Co
1D. Comparação da curva estimada com a apresentada por Kryzhanivskyy et al. (2017)77
Figura 5. 18 – Calor específico em função da temperatura para o metal duro WC10Co 1D.
Comparação da curva estimada com a apresentada por Kryzhanivskyy et al. (2017)
Figura 5. 19 - Comparação entre as temperaturas experimentais (Y) e numéricas (T) obtidas
para o metal duro WC10Co unidimensional
Figura 5. 20 – Comparação entre os fluxos de calor exato e recuperados para todos os
materiais e modelos térmicos testados

Lista de Tabelas

Tabela 3. 1 – Número de elementos das malhas testadas no cálculo de temperatura e seus
respectivos tempos de processamento43
Tabela 4. 1 – Dimensões e parâmetros das amostras metálicas em estudo61
Tabela 5. 1 – Parâmetros de ajuste da regressão linear para o aço inoxidável 304 3D
Tabela 5. 2 - Parâmetros de ajuste da regressão linear para o aço inoxidável 316 1D71
Tabela 5. 3 - Parâmetros de ajuste da regressão linear para o aço inoxidável 304 1D73
Tabela 5. 4 - Parâmetros de ajuste da regressão linear para o aço carbono 1045 1D76
Tabela 5. 5 - Parâmetros de ajuste da regressão linear para o metal dura WC10Co 1D78
Tabela 5. 6 - Propriedades térmicas em função linear da temperatura para diferentes materiais
metálicos79
Tabela 6. 1 – Especificação dos valores e das origens das incertezas individuais do processo
de estimação
Tabela 6. 2 – Especificação dos valores máximos medidos por cada instrumento em cada
experimento realizado
Tabela 6. 3 – Incertezas relativas resultantes e incerteza total para cada processo de estimação
feito

Lista de Símbolos

Letras Latinas

- *k* Condutividade térmica [W m⁻¹ K⁻¹]
- c_p Calor específico [J kg⁻¹ K⁻¹]
- *T* Temperatura [°C]
- *x*, *y*, *z* Coordenadas do sistema cartesiano [-]
- *t* Tempo [s] e *t* da distribuição de Student [-]
- *T*₀ Temperatura ambiente [°C]
- T_a Temperatura do aquecedor [°C]
- T_m Temperatura do metal [°C]
- *L* Espessura da amostra [mm]
- R_c Resistência de contato [m² K W⁻¹]
- *h* Condutância térmica de contato [W m⁻² K⁻¹]
- q Fluxo de calor [W m⁻²]
- a, b, c Dimensões da amostra [mm]
- *la* Largura do aquecedor de seção quadrada [mm]
- *R* Superfície superior [-]
- R_1 Região aquecida [-]
- *h*_c Condutância térmica de constrição [W m⁻² K⁻¹]
- h_i Condutância térmica intersticial [W m⁻² K⁻¹]
- $k_{contact}$ Média harmônica da condutividade térmica [W m⁻¹ K⁻¹]
- *m_{rug}* Inclinação média da interface de contato [µm]
- *H_c* Dureza do material [HB]
- *p* Pressão de contato [Pa]

- k_a Condutividade térmica do aquecedor [W m⁻¹ K⁻¹]
- k_m Condutividade térmica do metal [W m⁻¹ K⁻¹]
- *m*_{rug,a} Inclinação média do aquecedor [µm]
- *m*_{rug,m} Inclinação média do metal [µm]
- *c*₁ Constante [-]
- *c*₂ Constante [-]
- H_B Dureza do metal [HB]
- *H*₀ Constante [GPa]
- k_f Condutividade térmica do fluido intersticial [W m⁻¹ K⁻¹]
- *M_g* Parâmetro do gás [-]
- c_B Constante de Boltzmann [J K⁻¹]
- *D* Diâmetro médio das partículas do fluido [mm]
- p_g Pressão do fluido [Pa]
- **X** Coeficientes de sensibilidade modificados [°C]
- X_k Coeficientes de sensibilidade modificados para a condutividade térmica [°C]
- X_{cp} Coeficientes de sensibilidade modificados para o calor específico [°C]
- P Parâmetro desconhecido [-]
- T Vetor de temperaturas numéricas [°C]
- *j* Contador de parâmetros [-] e passos de tempo [-]
- P Vetor de parâmetros desconhecidos [-]
- J Coeficientes de sensibilidade [-]
- **J**^T**J** Matriz de informação [-]
- Y Vetor de temperaturas experimentais [°C]
- *r* Número de tempos futuros [-]
- *S* Função objetivo [°C²]
- *n* Contador de iterações [-]
- *N* Número total de pontos [-]

- *F* Função objetivo [°C²]
- *l* Número de parâmetros [-]
- *C* Elemento da matriz de covariância [-]
- *I* Incerteza relativa [%]

Letras Gregas

 ∂ Operador [-]

- ρ Massa específica [kg m⁻³]
- σ_{rug} Rugosidade média da interface de contato [µm]
- $\sigma_{rug,a}$ Rugosidade média do aquecedor [µm]
- $\sigma_{rug,m}$ Rugosidade média do metal [µm]

σ_0 Constante [µm]

- γ Espessura média de separação [mm]
- β Parâmetro do fluido intersticial [-]
- δ Variação [-]
- Δ Determinante da matriz de informação [-]
- μ Fator de amortecimento [-]
- Ω Matriz diagonal [-]
- ε Tolerância [-]
- σ^2 Variância [-]
- φ Coeficiente de sensibilidade do fluxo de calor [°C m² W⁻¹]
- σ Desvio padrão [-]
- α Significância [-]

Abreviaturas e Siglas

1D	Unidimensional
3D	Tridimensional
L-M	Método de Levenberg-Marquardt
ISO	International Organization for Standardization
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	American Society for Testing and Materials
DSC	Differential Scanning Calorimetry
IHTP	Inverse Heat Transfer Problem
СМҮ	Cooper-Mikic-Yovanovich
MEF	Método dos Elementos Finitos
BDF	Backward Differentiation Formula
PARDISO	Parallel Direct Sparse Solver
API	Application Programming Interface
RMSE	Root Mean Square Error
SER	Standard Error of the Regression

Sumário

1.	IN	ITROE	ÐUÇÃO	19	
	1.1	Obje	etivos e contribuição	21	
2.	RI	EVISÃ	O BIBLIOGRÁFICA	23	
3.	D	ESENV	VOLVIMENTO TEÓRICO	37	
	3.1	Moc	lelagem Térmica	37	
	3.	1.1	Modelo térmico unidimensional	37	
3.1.2		1.2	Modelo térmico tridimensional	38	
	3.	1.3	Cálculo da resistência de contato	40	
	3.2	Solu	ção Numérica de Temperatura	43	
	3.3	Aná	lise de Sensibilidade	45	
	3.	3.1	Coeficientes de sensibilidade	45	
	3.	3.2	Critério de sensibilidade D-ótimo	46	
	3.4	Técr	nicas de Problemas Inversos em Condução de Calor	47	
	3.4	4.1	Estimação simultânea de propriedades térmicas	48	
	3.4	4.2	Estimação do fluxo de calor	51	
	3.5	Inter	rvalos de Confiança	53	
4.	PF	ROCEI	DIMENTO EXPERIMENTAL	55	
4	4.1	Asp	ectos Experimentais	55	
	4.	1.1	Experimento unidimensional	55	
	4.	1.2	Experimento tridimensional	58	
4	4.2	Mor	ntagem Experimental	59	
5.	RI	ESULT	TADOS	62	
6.	A	NÁLIS	E DE ERROS	83	
7.	C	ONCL	USÕES	86	
,	7.1	Con	clusões Gerais	86	
7.2		Trab	valhos Publicados	88	
,	7.3	Trab	valhos Futuros	89	
8.	RI	EFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS90			

1. INTRODUÇÃO

O universo de caracterização de materiais é tão grande quanto os campos de materiais e engenharia combinados. Muitos métodos evoluíram ao longo de décadas, ou mesmo séculos, de ferramentas bastante rudimentares a instrumentos extremamente sofisticados. A medição e o teste de materiais abrangem propriedades mecânicas, elétricas e térmicas; classes de materiais de metais, para semicondutores, para isolantes, com cerâmicas, polímeros e compósitos em seu meio; escalas de atômica até macroscópica; e tempos que variam de frações de segundos a anos na prática. O contexto técnico de medições em materiais varia desde a ciência fundamental, muitas vezes sem conexão prática imediatamente aparente, até futuras aplicações de engenharia e testes de campo que podem prever o desempenho e evitar falhas de componentes.

Fator crucial nas tecnologias atuais, os métodos de caracterização surgiram de disciplinas distintas e o desenvolvimento de novas abordagens para explicar o comportamento dos materiais permite ampliar o escopo desse universo. Métodos tradicionais de caracterização de materiais tornaram-se ferramentas básicas para controle de qualidade em vários campos e, como parte importante do processo, a determinação de propriedades térmicas é a base para caracterizar o comportamento de materiais em relação às mudanças de temperatura. Dessa forma, na concepção e produção de equipamentos e processos em que a transferência de calor se faz presente, a caracterização térmica dos materiais utilizados se faz necessária e é de extrema relevância.

Situações como essas estão presentes no dia a dia de um engenheiro, sendo encontradas por exemplo em sistemas térmicos como caldeiras, motores e refrigeradores ou em processos de fabricação como usinagem, soldagem, fundição e nos processos de conformação mecânica. Nesses casos, o controle de temperatura é uma variável de extrema importância e influenciada em grande parte pelas características dos materiais utilizados. Nesses processos, tanto a matéria prima quanto as ferramentas e acessórios empregados são submetidos a grandes variações de temperatura, sendo desejável que suas características sejam conhecidas em todas as faixas de atuação. Dessa forma, a determinação de propriedades está diretamente inserida no meio industrial e sua necessidade aumenta aliada ao desenvolvimento de novos materiais, contribuindo para sua completa caracterização e possibilitando sua correta aplicação, de forma evitar falhas, diminuir custos e prolongar a vida de componentes.

Duas propriedades essenciais nesse contexto são a condutividade térmica, e o calor específico. Elas representam, respectivamente, a capacidade de um material de conduzir calor

e a quantidade de energia requerida por esse material para que haja variação de temperatura. Ao longo dos anos muitos trabalhos foram desenvolvidos com o intuito de promover a estimação de tais propriedades de forma cada vez mais confiável. Entretanto, em muitas dessas técnicas as propriedades térmicas são consideradas constantes e determinadas para uma baixa intensidade de calor ou com curta duração, não sendo levada em consideração a dependência da temperatura. Outros métodos, por sua vez, não permitem a estimativa simultânea das propriedades térmicas, fornecendo apenas uma propriedade ou exigindo mais de um procedimento para obter a outra. Também, a configuração experimental para a maioria dos métodos de caracterização térmica é geralmente cara, por isso na solução desses problemas poucas técnicas apresentam validação experimental, além de grande parte não poder ser aplicada em materiais com alta condutividade térmica, como metais, devido aos efeitos da resistência de contato. É por isso que o presente trabalho busca apresentar uma técnica experimental e de baixo custo em que k e c_p são estimados simultaneamente e como funções da temperatura em amostras de diferentes materiais metálicos levando em consideração os efeitos da resistência de contato. Os materiais estudados são os aços inoxidáveis austeníticos 304 e 316, aço carbono 1045 e o compósito metal duro WC10Co.

Desde sua descoberta, os materiais metálicos desempenham papel de grande importância na sociedade. Sua alta aplicabilidade fez crescer o interesse e tem estimulado a pesquisa, o desenvolvimento e a adaptação de metais e suas ligas para que obtenham um desempenho cada vez mais satisfatório. O aço 1045 pode ser usado em parafusos e porcas, engrenagens, eixos e rolamentos. O material, capaz de trabalhar sob altos níveis de pressão e fricção, combina resistência, dureza e ductilidade. Aços inoxidáveis, por outro lado, são valorizados por sua resistência à corrosão, durabilidade, força e apelo estético. Suas aplicações variam desde o uso cotidiano em utensílios e móveis de cozinha, até usos mais avançados nas indústrias de petróleo e gás, química e aeroespacial. Na indústria, o metal duro tem sido extensivamente utilizado como ferramenta de corte em vários campos, como mineração e usinagem. Trata-se de um material compósito caracterizado por ter significativa resistência à fadiga, estabilidade química, tenacidade e especialmente dureza.

Buscando garantir a confiabilidade do processo de estimação apresentado no trabalho, uma análise de sensibilidade detalhada é realizada para otimizar os parâmetros experimentais adotados, como a localização dos sensores de temperatura, intensidade do fluxo de calor e duração do experimento. São avaliados dois modelos térmicos (unidimensional e tridimensional) por meio dos coeficientes de sensibilidade modificados e pelo critério de sensibilidade D-ótimo. Dessa forma, é possível utilizar medidas transientes de um único termopar para a estimação simultânea das propriedades térmicas de cada metal em um intervalo de temperatura de 20 °C até mais de 150 °C. Na determinação das propriedades é utilizada uma técnica iterativa para problemas inversos não lineares, a técnica de Levenberg-Marquardt (L-M). A técnica é aplicada sequencialmente em cada um dos pontos do experimento, fornecendo os valores das duas propriedades térmicas a cada pequena variação na temperatura. Seu resultado envolve a definição de uma função objetivo determinada pelo quadrado da diferença entre as temperaturas experimentais e temperaturas calculadas numericamente. Tais temperaturas, obtidas pelo software COMSOL Multiphysics levam em consideração o efeito da resistência de contato como um redutor no fluxo de calor entregue às amostras. Por fim, os experimentos utilizando o Método da Função Especificada Não-Linear. Além disso são computados os intervalos de confiança das estimações bem como realizada uma análise das incertezas decorrentes dos processos numéricos e experimentais.

A apresentação de técnicas importantes de estimação de parâmetros e sua evolução ao longo do tempo, bem como uma breve discussão sobre problemas inversos são apresentadas na revisão bibliográfica contida no Capítulo 2. Nela são expostos os estudos que fundamentaram o presente trabalho e contribuíram para sua realização.

No Capítulo 3 é apresentado o embasamento teórico fundamental no desenvolvimento do processo de determinação simultânea das propriedades, abordando os aspectos referentes ao modelo térmico utilizado e sua solução numérica, além das técnicas utilizadas para resolução dos problemas inversos e ainda uma análise da melhor configuração do experimento. Detalhes referentes ao procedimento experimental e os equipamentos utilizados em sua realização são mostrados no Capítulo 4.

Os resultados obtidos e sua análise são mostrados no Capítulo 5, no qual também é apresentada sua comparação com os valores encontrados na literatura e a recuperação do fluxo de calor imposto. A análise dos erros provenientes do processo de estimação é realizada no Capítulo 6.

Por fim, no Capítulo 7 são apresentadas as conclusões gerais, comentários finais e as sugestões para trabalhos futuros a serem desenvolvidos, além das publicações que foram feitas no período de realização do trabalho.

1.1 Objetivos e contribuição

Os objetivos do trabalho são descritos a seguir:

- Estimar simultaneamente a condutividade térmica e o calor específico de amostras metálicas variando com a temperatura em uma faixa de 20 °C até mais de 150 °C;
- Desenvolver um procedimento experimental simples e de baixo custo;
- Analisar a influência da sensibilidade no processo de estimação;
- Comparar o desempenho dos modelos térmicos unidimensional e tridimensional na determinação das propriedades térmicas;
- Validar as propriedades térmicas obtidas para cada material pela recuperação do fluxo de calor aplicado.

A principal contribuição do trabalho vem da apresentação de uma técnica experimental que permite a obtenção simultânea das propriedades térmicas de materiais metálicos variando com a temperatura em uma faixa geralmente não abrangida por diversos equipamentos. Como brevemente discutido anteriormente, existe uma lacuna nos métodos de caracterização térmica, já que estes, em geral, não englobam materiais com altas condutividades térmicas, além de não avaliarem a influência da variação de temperatura nas propriedades térmicas. Outra importante contribuição do trabalho vem da otimização do processo experimental por meio da análise de sensibilidade mostrando as vantagens de cada modelo térmico utilizado. A seguir, com a apresentação da revisão bibliográfica, cada um dos pontos é discutido detalhadamente.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Ao longo dos anos muitos métodos de caraterização térmica foram desenvolvidos. Como discutido anteriormente, a determinação de propriedades térmicas é de extrema relevância em diversos meios, sendo essencial na investigação do comportamento de materiais perante variações na temperatura. De maneira geral existem três abordagens utilizadas na determinação de propriedades térmicas: *i*) abordagem em regime permanente; *ii*) abordagem calorimétrica; *iii*) abordagem em regime transiente. Em cada uma delas destacam-se técnicas clássicas de estimação, expostas a seguir.

Fazendo uso de medidas estacionárias de fluxo de calor e gradientes de temperatura, destaca-se na primeira abordagem o Método da Placa Quente Protegida, documentada na norma ISO 8302:1991 e pela ABNT (2005). O método é seguramente o mais confiável na determinação da condutividade térmica de materiais isolantes. Sua montagem experimental é simétrica, ou seja, são utilizadas duas amostras idênticas do material, com superfícies planas e paralelas, dispostas em cada lado de uma placa quente central e posicionadas entre duas placas frias isotérmicas. A placa quente é composta por um núcleo protegido por um anel de guarda. São medidas as temperaturas na superfície quente e na superfície fria de cada amostra e, usando a lei de Fourier, com o conhecimento da espessura da amostra e do fluxo de calor aplicado, a condutividade térmica pode ser calculada diretamente. Contudo, o método não é adequado para ser aplicado em materiais metálicos, já que devido à alta condutividade térmica seria difícil a formação de um gradiente de temperatura significativo. Ademais, o tempo até que se atinja a condição de regime permanente é longo e seu aparato experimental é caro e composto por equipamentos complexos e específicos. Além disso, em qualquer abordagem em regime permanente não é possível a obtenção de valores para o calor específico, uma vez que o termo dependente do tempo é excluído da equação.

A abordagem calorimétrica, por outro lado, é muito adequada quando o objetivo é obter calor específico. Documentada na Norma ASTM E1269-11 (2011), a calorimetria exploratória diferencial (DSC) tem sido extensivamente aplicada para esta finalidade. A DSC mede o calor específico aquecendo uma amostra do material e medindo a diferença de temperatura entre ela e um material de referência. Os cadinhos do material e do material de referência são colocados em um forno de geometria cilíndrica que gera calor radialmente em direção ao centro. A temperatura é medida por termopares em contato com cada cadinho. Três medições são necessárias para o cálculo do calor específico. Primeiro, uma linha de base é registrada. Esta é

a resposta com ambos os cadinhos vazios. O próximo é um teste de referência, no qual uma amostra com um calor específico bem definido é testada para comparação. Finalmente, a amostra do material de interesse é testada. A linha de base permite a remoção do viés do sistema dos dados, enquanto o teste de referência permite o cálculo do calor específico do material como uma razão do calor específico do material de referência. No entanto, métodos desse tipo de abordagem não são capazes de fornecer condutividade térmica e conseguem obter os valores de calor específico apenas para níveis mais altos de temperatura, acima de 100 °C. Além disso, também requerem equipamentos específicos e caros, e surgem dificuldades ao lidar com materiais não homogêneos, devido ao pequeno tamanho amostral requerido.

Já na abordagem transiente, é possível obter tanto condutividade térmica como difusividade térmica e de forma bem mais rápida do que por métodos em regime permanente. Destacam-se nesse caso o Método do Fio Quente (BLACKWELL, 1954) e o Método Flash (PARKER *et al.*, 1961). O primeiro trata-se de um método para determinação da condutividade térmica de materiais de forma absoluta e direta. Nela, uma sonda cilíndrica contendo um fio de resistência e um termopar é inserida no material. A passagem de corrente elétrica pelo fio gera um fluxo de calor na amostra e a variação de temperatura proveniente desse fluxo é medida pelo termopar. A partir da inclinação da curva de temperaturas lidas é obtida diretamente a condutividade térmica do material. Esta técnica também pode ser usada na determinação da difusividade térmica incluindo mais um termopar no exterior da sonda. Vale lembrar, contudo, que devido à alta resistência de contato entre a sonda e a amostra, a técnica não é adequada para aplicações em materiais metálicos.

Já o Método Flash, proposto inicialmente por Parker *et al.* (1961), não apresenta problemas referentes à resistência de contato. Com o seu uso é possível determinar a difusividade térmica diretamente por meio da aplicação de um pulso de energia de alta intensidade e curta duração na superfície frontal da amostra enquanto a variação de temperatura da face oposta é medida para que seja analisado o tempo requerido para que seu valor máximo seja atingido. O calor é gerado por fonte radiante e sua duração é tão curta que a taxa de calor perdida é desprezível, contudo, as perdas por convecção apresentam-se como uma dificuldade na montagem do experimento que, além disso, não permite a fácil obtenção da condutividade térmica, visto que seria necessário o conhecimento da quantidade de energia absorvida pela face da amostra.

Nesse ponto, ficam claras as dificuldades intrínsecas aos procedimentos de determinação de propriedades térmicas de materiais e as inúmeras variáveis que os envolvem e que fazem da busca por condições ótimas um grande desafio. Além disso, cabe destacar que

apesar da grande relevância, nesses trabalhos, e de forma geral nos problemas de estimação de parâmetros, as propriedades termofísicas são consideradas constantes e determinadas para curtas ou baixas intensidades de fluxo de calor. Percebe-se também a dificuldade existente na medição de materiais com alta condutividade térmica e ausência de técnicas para completa caracterização desses materiais. Além disso, cabe ressaltar que não existem técnicas em que tais propriedades possam ser medidas diretamente. Nesses casos, recorre-se a utilização de técnicas de Problemas Inversos em Transferência de Calor (IHTPs).

Problemas inversos consistem, basicamente, na investigação da causa de um fenômeno a partir de seus efeitos. Abrangendo diversos ramos da engenharia e ciência, tais problemas são ditos "mal postos", visto que não atendem, simultaneamente, a três requisitos básicos: existência, unicidade e estabilidade da solução. De forma geral, tais problemas são geralmente instáveis e sujeitos à interferência de erros. Na transferência de calor seu uso é imprescindível e depende essencialmente de dados experimentais de temperatura (efeitos), que aliados ao uso de conceitos fundamentais e técnicas de otimização fazem com que seja possível determinar as propriedades termofísicas de um material, características geométricas ou mesmo o fluxo de calor sobre ele imposto (causas).

Sawaf, Özisik e Jarny (1995) utilizaram a técnica de otimização iterativa de Levenberg-Marquardt para resolver o problema inverso na estimação da condutividade térmica nas direções longitudinal e transversal de materiais ortotrópicos e sua capacidade de calor volumétrica, ambos variando com a temperatura. No trabalho foram utilizados dados simulados, obtidos pela adição de erros aleatórios às temperaturas obtidas numericamente pela solução da equação da difusão do calor bidimensional. Um estudo da influência do posicionamento dos sensores de temperatura também foi feito, além da análise estatística dos resultados para um intervalo de confiança de 99%.

Huang e Wang (1999) utilizaram o Método do Gradiente Conjugado na solução do problema inverso de obtenção do fluxo de calor em uma abordagem transiente e tridimensional. A estimação é feita sem qualquer conhecimento prévio sobre a forma da função a ser estimada e os resultados são validados também por meio de dados experimentais simulados. São testados diferentes fluxos de calor e adicionados ruídos experimentais de vários níveis. Como resultado pode-se observar que a estimação se manteve estável em todos os casos, independente dos erros experimentais simulados, confirmando assim o sucesso do método na solução desse tipo de problema inverso.

Rocha e Bejan (2001), por sua vez, fizeram uso de técnicas de problemas inversos na determinação da geometria ótima de tubos para trocadores de calor nos quais o escoamento se

dá em regime transiente. Em sua execução são considerados tubos circulares, paralelos e equidistantes e o objetivo é determinar o raio ótimo dos tubos para que a taxa de transferência de calor seja máxima e consequentemente que a resistência térmica seja mínima. Foram utilizados dados simulados que comprovaram que o problema pode ser otimizado tanto pelo valor do raio dos tubos quanto pela alteração de sua quantidade e disposição no trocador.

Woodbury (2003), com a colaboração de grandes pesquisadores da área, trouxe uma produção capaz de permitir o entendimento e aplicação de diversas técnicas para solução de problemas inversos. Em seu trabalho é salientada uma importante distinção na classe de problemas inversos. Diferentemente dos problemas de estimação de fluxo de calor ou aspectos geométricos, a estimação de propriedades térmicas em geral requer cuidados adicionais em sua execução. Os resultados das estimativas são geralmente fornecidos com intervalos de confiança e são válidos apenas na faixa de temperatura coberta pelos experimentos realizados visto que propriedades térmicas são inerentes ao material e não podem sofrer ajustes. As quantidades procuradas podem se comportar de maneira diferente e independente em relação à variação de temperatura em outros pontos do domínio. Isso implica que muito mais cautela é necessária ao projetar e conduzir experimentos para estimativas de propriedades térmicas. É crucial determinar os locais de medição ideais para garantir alta sensibilidade térmica, a fim de aumentar a precisão da estimativa. Assim, uma análise de sensibilidade cuidadosa e um arranjo experimental confiável são cruciais nesses casos.

Nesse sentido, o trabalho reúne técnicas antes apresentadas pelos pesquisadores Taktak, Beck e Scott (1993) e Dowding e Blackwell (2001). Os primeiros desenvolveram um estudo para a determinação das condições ótimas para a estimação simultânea da condutividade térmica e da capacidade de calor volumétrica em uma fibra de carbono. A montagem experimental foi desenvolvida analisando o posicionamento do sensor de temperatura, a duração do experimento e o tempo de aquecimento utilizado. Tal estudo foi orientado pelos conceitos dos coeficientes de sensibilidade e pelo determinante da matriz de sensibilidade. A partir desses conceitos, conclui-se que a estimação das propriedades térmicas se dá com maior confiabilidade a partir da maximização dos coeficientes e, em consequência, da matriz de sensibilidade. De forma semelhante, Dowding e Blackwell (2001) apresentaram o estudo de tais coeficientes, mas desta vez para propriedades térmicas variando com a temperatura em amostras de poliuretano. Destaca-se também nesses trabalhos a análise quando ao formato dos coeficientes de sensibilidade. Além de ser buscada sua maximização, é de extrema importância que os coeficientes para cada propriedade sendo estimada não apresentem correlação e, dessa forma, variem de formas independentes. Ainda em Woodbury (2003), além de introduzir aspectos para a melhor realização de experimentos, o trabalho traz a discussão detalhada da estimação de parâmetros sequencial, a qual permite a resolução de problemas não lineares, aqueles nos quais as propriedades térmicas variam com a temperatura. A discussão do problema é uma ponte entre a estimação de parâmetros e a estimação de funções, tendo sido em seguida utilizado por diversos autores. A alta aplicabilidade dos IHTPs motivou o estudo, desenvolvimento e adaptação de métodos para resolução tanto de problemas inversos de forma geral, como em particular da determinação propriedades termofísicas de materiais. Naturalmente, técnicas que buscam estimar simultaneamente propriedades térmicas dependentes da temperatura também têm sido estudadas e apresentadas. Também nas últimas décadas, vem crescendo o interesse e o volume de trabalhos direcionados a esses problemas. Além das técnicas clássicas, vários novos métodos de caracterização térmica vêm sendo desenvolvidos.

Em uma adaptação otimizada da técnica do fio quente, Thomson (2005) aplicou o método de Levenberg-Marquardt em conjunto com o método de estimação sequencial de parâmetros na estimação da condutividade térmica de materiais granulares e líquidos de alta viscosidade. Foram estimadas a condutividade térmica e a capacidade térmica de grãos de quartzo e microesferas de vidro, além de serem estimadas também as propriedades térmicas da sonda linear utilizada. Neste trabalho foi proposto que o tempo de aquecimento da amostra seja inferior ao tempo total do experimento, de forma a maximizar os coeficientes de sensibilidade e otimizar o processo. Como resultado, foram comparados dados numéricos de temperatura aos dados experimentais medidos em cada experimento, comprovando a efetividade da técnica.

Já Zueco e Alhama (2007) aplicaram o método sequencial aliado ao uso de redes neurais na estimação simultânea das propriedades térmicas de fluidos com escoamento completamente desenvolvido em dutos circulares. Nesse trabalho, dados simulados de temperatura foram utilizados para diferentes condições de contorno e as propriedades térmicas foram estimadas para um intervalo de 0 a 120 °C. Além disso a variação da condutividade térmica e da capacidade de calor volumétrica com a temperatura foram determinadas sem a necessidade do conhecimento prévio de tais propriedades térmicas. Na resolução dos diferentes problemas, destaca-se a influência do número de sensores utilizados e dos pontos de tomada de temperatura. Para cada um dos casos, os pontos estimados apresentaram boa concordância com os valores exatos.

Mohamed (2008) estimou de forma simultânea as propriedades térmicas de alimentos sólidos fazendo uso, também, da técnica de estimação de parâmetros sequencial. O modelo térmico unidimensional foi usado, com condições de fluxo de calor constante em uma das

superfícies e isolamento na outra extremidade. Os dados de temperatura são simulados e a validação do método é feita pela comparação com a simulação de Monte Carlo. Além disso, um estudo sobre o posicionamento dos sensores de temperatura foi realizado, visando alcançar melhores condições experimentais sem alterações significativas nas características químicas e físicas dos alimentos em estudo.

Por outro lado, Tillmann *et al.* (2008) utilizaram de uma abordagem diferente na estimação simultânea das propriedades termofísicas de materiais variando com a temperatura. No trabalho os autores consideram propriedades térmicas constantes dentro de pequenos intervalos de temperatura, variando então a temperatura inicial de cada experimento e estimando as propriedades para cada intervalo. Foram estimadas a condutividade e a difusividade térmica de materiais isolantes com temperatura variando de 20 °C a 66 °C. Cabe ressaltar que nesse tipo de abordagem é requerida a utilização de um forno para que a condição inicial de cada experimento possa ser variada.

Já no trabalho de Jannot, Degiovanni e Payet (2009) foi desenvolvido um aparato para a medição da condutividade térmica em materiais isolantes com baixas massas específicas. Como destacado pelos autores, os métodos clássicos de obtenção de condutividade térmica não podem ser aplicados nesse tipo de material, já que devido à baixa massa específica é geralmente muito difícil medir a temperatura na superfície de forma precisa. Dessa forma, foi proposta a inserção do material entre duas placas condutoras, com propriedades térmicas conhecidas, sendo uma delas isolada e uma delas aquecida por um fluxo de calor constante, em um sistema de três camadas. Assim, foi possível realizar medidas precisas de temperatura de onde foi obtida a condutividade térmica do material, em uma faixa inferior a 0,15 W m⁻¹ K⁻¹. O método também pode ser usado na estimação da difusidade térmica, mas não é recomendado para materiais com baixas difusividades.

Em Gnanasekaran e Balaji (2010) as propriedades de interesse foram a emissividade e o coeficiente de convecção natural. Os autores propuseram uma técnica inversa para a estimação simultânea dessas propriedades em uma montagem experimental de baixo custo. Os experimentos foram conduzidos em uma placa de alumínio perdendo calor por radiação e convecção em pressão atmosférica, sem a necessidade da utilização de uma estufa a vácuo. As propriedades foram estimadas usando inferência Bayesiana e a robustez do método foi testada pelos múltiplos níveis de testes conduzidos em diferentes configurações experimentais.

Também com interesse na estimação da condutividade térmica, Jannot, Felix e Degiovanni (2010) propuseram uma configuração experimental a ser aplicada em materiais isolantes com dimensões reduzidas, especialmente na espessura. A montagem se assemelha àquela utilizada no Método da Placa Quente Protegida, mas sem utilização do anel de guarda. Dessa forma, a temperatura foi medida no centro das placas frias, para que as perdas por convecção possam ser desconsideradas. Os valores de condutividade térmica foram definidos em regime permanente e apresentaram desvios inferiores a 5%. Os autores também fizeram uso da parte transiente do experimento para a estimação da capacidade de calor volumétrica, contudo o método só se mostrou efetivo para materiais com altos valores para a propriedade.

Zamel, Becker e Wiegmann (2012) estimaram a condutividade térmica de camadas microporosas da membrana de polímero eletrolítico de células de combustível. O objetivo do trabalho foi aumentar a eficiência das células pela obtenção de uma maior condutividade térmica. Dessa forma, foram testadas diversas configurações e estimada a condutividade térmica em cada uma delas. Foram utilizados modelos estocásticos para reproduzir uma malha tridimensional e foi comprovado que com o aumento do volume dos poros na estrutura e da espessura de penetração da camada, também ocorre aumento da condutividade térmica.

Utilizando dados em regime permanente, Aksöz, Özturk e Marasli (2013) propuseram um método para a medição de condutividade térmica que pode ser aplicado em materiais com altas condutividades térmicas. No trabalho, o método foi aplicado em ligas de alumínio, zinco, estanho e índio e durante as medições foi avaliado o efeito da variação dos elementos de liga na condutividade térmica. A montagem consiste de uma amostra cilíndrica interposta transversalmente por uma placa retangular fria e outra placa idêntica quente. As medidas de temperatura foram feitas no interior da amostra cilíndrica. Apesar de efetivo, o método não fornece valores de calor específico, além de requerer um controlador de temperatura.

Já Cui, Zhu e Gao (2014) fozeram uma modificação no Método do Gradiente Conjugado para a estimação das propriedades térmicas variando com a temperatura. Convencionalmente, métodos que envolvem o cálculo de gradientes aplicados a problemas inversos tendem a apresentar instabilidades, já que os problemas são naturalmente mal postos e podem apresentar infinitas soluções. A modificação proposta vem pela introdução do método da derivada de variável complexa. Por esta abordagem, o problema de sensibilidade é contornado enquanto os componentes da matriz são obtidos acompanhados da solução do problema direto, resultando na redução de manipulações matemáticas. Os resultados simulados ilustram que o esquema desenvolvido tem o potencial de reduzir significativamente os gastos computacionais mantendo a qualidade da solução numérica.

Outra alternativa aos métodos de gradiente, é a utilização de métodos estocásticos, como a inferência Bayesiana, métodos metaheurísticos e algoritmos baseados em inteligência artificial. Eles geram e analisam variáveis aleatórias para encontrar soluções suficientemente adequadas para problemas de otimização. Como pesquisam de maneira aleatória, os métodos de otimização sem derivada não têm repetibilidade perfeita e podem consumir muito tempo ao lidar com problemas muito simples. Pode-se citar o trabalho de Czél, Woodbury e Grof (2014) que usaram redes neurais na solução do problema inverso da estimação simultânea e variando com a temperatura da condutividade térmica e da capacidade de calor volumétrica de materiais isolantes. Trata-se de um estudo simulado definido de acordo com o seguinte método de medição de propriedades termofísicas. Uma amostra cilíndrica foi aquecida até atingir regime permanente e então o fluxo de calor foi cessado e as temperaturas começaram a ser medidas durante o resfriamento por termopares dispostos ao longo do raio da amostra até que o centro do cilindro esteja à temperatura ambiente. O trabalho destacou-se pela efetividade do método e por não requerer conhecimento prévio do valor de cada propriedade térmica.

Berger *et al.* (2016) utilizaram a inferência Bayesiana na estimação da condutividade térmica e do coeficiente de convecção das paredes de um prédio histórico. Para tanto, a temperatura do ar, bem como a das superfícies das paredes foram monitoradas durante um ano. Com a estimação das propriedades térmicas foi também determinado o calor trocado através das paredes ao longo do ano. Tal calor, quando comparado ao regulamento do país mostrou-se 10% superior ao fluxo esperado. O estudo mostrou a importância do diagnóstico preliminar das paredes de construções pela estimação de suas propriedades térmicas.

Abad, Borca-Tasciuc e Martin-Gonzalez (2017), por sua vez, apresentaram uma revisão sobre métodos para estimação de propriedades térmicas sem contato com o material. Métodos de aquecimento sem contato são importantes, pois além de se tratarem de métodos não intrusivos, eles contornam uma fonte frequente de erros característicos de medições térmicas baseadas em contato, ou seja, a resistência de contato. Contudo, tais técnicas são geralmente baseadas no fenômeno fototérmico, onde o aquecimento é gerado tipicamente por radiação incidente, o que encarece o processo. Além disso, para sua aplicação é necessário o conhecimento prévio da massa e do calor específico do material.

Em McMasters, De Monte e Beck (2017), buscando obter maior número de propriedades termofísicas em um único estudo, foram propostas a realização de experimentos complementares, dos quais foram obtidas diferentes correlações de temperatura numérica e experimental para um mesmo material. Foram simuladas as medidas de temperatura em dois pontos diferentes da mesma amostra e, também, o arranjo de dois modelos térmicos distintos sujeitos às mesmas condições iniciais e de contorno. A função objetivo que se deseja minimizar é então, nesse caso, a soma das correlações de temperatura obtidas em cada situação. São avaliados os coeficientes de sensibilidade na busca da configuração que trouxesse mais

benefícios à estimação, contribuindo assim para o planejamento experimental em estimativas de propriedades térmicas.

Beck, Mishra e Dolan (2017) avaliaram as possíveis imperfeições em diferentes modelos térmicos tipicamente utilizados na estimação simultânea de propriedades térmicas. Tratam-se de dois modelos térmicos unidimensionais ambos aquecidos por um fluxo de calor constante em uma face e diferentes condições na face oposta. O primeiro trata-se de um modelo isolado enquanto o segundo é sujeito à condição de contorno de convecção. Foram observados os resíduos obtidos nas medições de temperatura quando comparadas ao modelo teórico, buscando, dessa forma, identificar as causas para tais diferenças. Notou-se então que existem padrões de comportamento para cada uma das imperfeições nos modelos e que dessa forma, seria possível avaliar a interferência de cada uma nos resultados obtidos nas estimações. Dessa análise foi possível concluir que as maiores fontes de erro em experimentos vêm do mau posicionamento dos sensores de temperatura e do isolamento térmico imperfeito.

Já em Sun *et al.* (2018) foi feita a identificação das propriedades termofísicas de materiais de construção pelo uso do algoritmo de Krill Herd. Trata-se de um método de inteligência artificial não iterativo e de fácil implementação, baseado no comportamento de colônias de pequenos crustáceos. O modelo térmico é bidimensional e não homogêneo, do qual foram obtidas a condutividade térmica e o calor específico em função da temperatura, não sendo necessário, também, o conhecimento prévio de seus valores. Além disso, modificações no algoritmo são propostas visando o aumento de sua velocidade de convergência.

Fazendo uso de funções objetivo distintas, Malheiros *et al.* (2019) aprimoraram o estudo de técnicas experimentais para a estimativa de propriedades térmicas usando uma única superfície de acesso. O estudo foi baseado no conceito da razão de ganho, que possibilita a definição de duas funções objetivo, cada uma dependente de um único parâmetro térmico. A amostra de material foi aquecida parcialmente em uma superfície e as propriedades foram estimadas fazendo-se uso dos dados coletados por dois termopares distantes entre si na mesma superfície. A razão de ganho é definida como a razão entre a variação de temperatura medida por cada um dos termopares. Tal razão é função apenas da difusividade térmica do material. Dessa forma, uma função objetivo é definida pelo quadrado da diferença entre as razões de ganho numéricas e experimentais, de onde é obtida a difusividade térmica. Conhecido seu valor, é definida uma segunda função objetivo pelo quadrado da diferença entre as variações de temperatura numérica e experimental. Assim, a condutividade térmica do material foi obtida. No trabalho, a técnica foi combinada com o uso da termografia infravermelha, possibilitando, dessa forma, que as propriedades termofísicas do material sejam estimadas sem que sejam

conhecidas a geometria ou as condições de contorno da amostra. Neste trabalho estimou-se com sucesso e de forma rápida as propriedades térmicas de amostras de policloreto de vinila, borracha de silicone e cobre.

Martínez *et al.* (2020) apresentaram técnicas aplicadas na determinação de propriedades térmicas em materiais de mudança de fase utilizados no armazenamento de energia térmica. Semelhante à DSC, são feitas três medidas conjuntas com materiais de referência e as propriedades térmicas são obtidas como funções das propriedades de referência. O método é adaptado para que o efeito de resfriamento e aquecimento do material possa ser considerado, dessa forma são determinados os calores específicos tanto na fase líquida quanto na fase sólida.

Também fazendo uso da inferência Bayesiana, Pasquier e Marcotte (2020) estimaram as propriedades térmicas do solo e do revestimento em um projeto de construção de um sistema de bomba de calor aterrado. Um método artificial de redes neurais foi usado para acelerar a inferência Bayesiana. Essa estratégia eficiente permitiu a inferência da distribuição conjunta de cinco parâmetros, a condutividade térmica e a capacidade de calor volumétrica do solo e do revestimento, bem como o diâmetro do revestimento de proteção do sistema. Usando dados medidos durante um teste real de cento e sessenta e oito horas, este trabalho mostra que foi possível identificar de forma robusta cada um dos parâmetros.

No trabalho de Tariq *et al.* (2020) foi apresentado o uso de redes neurais artificiais na determinação de propriedades térmicas de nanofluidos, com uma metodologia capaz de verificar a influência do diâmetro da partícula, bem como sua fração de volume. O desenvolvimento experimental utilizou do método do fio quente modificado, a partir do qual foi gerado um acréscimo de temperatura de 21°C no fluido. A condutividade térmica foi determinada em intervalos de 1°C, para que por fim o resultado seja comparado aos resultados estimados pelas redes neurais em função da temperatura.

Jannot *et al.* (2020) apresentaram um método experimental na estimação da condutividade térmica em materiais isolantes utilizados em altas temperaturas, acima de 600 °C. O método foi dedicado ao estudo de materiais com baixas massas específicas, mas foram testadas também amostras de silicato de cálcio para a validação do resultado. Em uma adaptação no Método da Placa Quente Protegida foram feitas medidas de temperatura em regime permanente de um material de referência com propriedades térmicas conhecidas para a calibração do instrumento. Então, em seguida, foram medidas as temperaturas no material de interesse para que sua condutividade térmica possa ser descrita em função dos valores de referência. Seu diferencial vem da possibilidade de estimação em amostras reduzidas. A

acurácia estimada do método foi de 11% e os resultados obtidos estão de acordo com os valores encontrados na literatura.

Em mais uma modificação do Método do Fio Quente, Merritt *et al.* (2022) propuseram uma técnica para a medição da condutividade térmica nos fluidos de trabalho utilizados em sistemas de geração de energia. O método foi adaptado para a utilização em fluidos corrosivos e para altas temperaturas de trabalho, além de limitar as interferências devidas à condução elétrica e as perdas de calor por radiação e convecção. No trabalho, o estudo de sensibilidade foi realizado de modo a avaliar a influência de cada um dos parâmetros críticos para a realização do experimento. A condutividade térmica de sete fluidos foi medida em uma faixa de temperatura de 10 até 400 °C havendo boa concordância dos resultados obtidos com a literatura. A técnica pode ser aplicada em fluidos com condutividades térmicas de 0,125 até $16,5 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$.

Jannot, Bal e Moyne (2023) avaliaram a influência da transferência de massa no processo de estimação da condutividade térmica em materiais hidrofílicos. Nesses materiais a transferência de massa ocorre pela evaporação ou condensação da água no interior do material ocorrida pela mudança de temperatura ou de umidade nas superfícies. As distribuições de temperatura foram simuladas alinhando um modelo de transferência de calor e massa aplicado ao Método do Fio Quente e ao Método do Fio Quente Paralelo. No primeiro foi possível obter a condutividade térmica do material, já no segundo, por meio do posicionamento de um termopar distante da sonda, foi determinada a condutividade térmica equivalente, composta por um termo relacionado ao fenômeno da mudança de fase da água no interior do material. Quanto maior a diferença entre os dois valores de condutividade, maior foi a interferência da transferência de massa na transferência de calor. Tal efeito foi evidenciado em materiais com menores condutividades térmicas, nos quais se torna essencial a consideração desse fenômeno.

Mais uma vez é importante ressaltar que, como mostrado, avanços significativos na estimação de propriedades térmicas foram feitos nos últimos anos, mas ainda assim nenhum dos métodos apresentados é irrestrito. Isso significa que técnicas para obter propriedades térmicas são definidas para materiais e faixas de temperatura específicas. Além disso, destacase novamente a ausência de técnicas para a completa caracterização de materiais com altas condutividades térmicas. Experimentalmente, a alta resistência de contato apresentada por esses materiais traz dificuldades à estimação, e numericamente, tais dificuldades vem do fato de que altas condutividades térmicas propiciam baixos coeficientes de sensibilidade relativos a esse parâmetro, tornando o problema da estimação ainda mais instável. Dessa forma, são mostrados a seguir procedimentos e análises desenvolvidos buscando superar as dificuldades encontradas enquanto lidando com esses materiais.

Tariq e Asif (2015) fizeram uma investigação experimental em amostras planas nos efeitos da resistência de contato em materiais metálicos como cobre, latão e aço inoxidável. Foram realizados experimentos em regime permanente e atmosfera controlada para acessar os valores da condutância térmica de contato em cada um dos materiais e sob diferentes condições. Foram variadas a rugosidade da superfície das amostras e a pressão de contato entre elas e o aquecedor. No geral, a resistência de contato entre aquecedor e amostra. Além disso, tem como fator dominante a condutividade térmica. Quanto maior a condutividade térmica do material, menor a condutância térmica. As incertezas dos resultados foram de 24, 19 e 17%, respectivamente para o cobre, latão e aço inoxidável e tiveram sua validação pela comparação com correlações empíricas disponíveis na literatura.

D'Alessandro, De Monte e Amos (2019) também estudaram o efeito do contato imperfeito entre aquecedor e amostras de alta condutividade na estimação simultânea de propriedades levando, mas desta vez em conta a capacidade térmica do aquecedor. No trabalho, o conjunto aquecedor-amostras foi considerado um único corpo sujeito à condição de contorno de sexto tipo na superfície aquecida e à condição de isolamento térmico nas demais superfícies. Na condição de sexto tipo, a resistência de contato é considerada como um redutor no fluxo de calor. A solução de temperatura do problema se dá pelo uso da transformada de Laplace. Os coeficientes de sensibilidade para cada propriedade foram avaliados em diferentes localidades da amostra e seus resultados confirmaram que apesar de apresentar maior sensibilidade, a superfície de aquecimento não foi ideal para o posicionamento dos termopares, sendo adequado que as medidas sejam realizadas na superfície oposta, já que a presença de um sensor entre o aquecedor e amostra causaria um aumento nos efeitos da resistência de contato. Além disso, foi mostrado que a capacidade térmica do aquecedor pode influenciar no experimento em maior grau do que a resistência de contato entre ele e as amostras.

Carollo, Lima e Silva e Lima e Silva (2019) usaram uma abordagem diferente da determinação de propriedades térmicas em materiais metálicos variando com a temperatura. De forma a contornar os problemas referentes à baixa sensibilidade desses materiais com relação à condutividade térmica, os autores propuseram um fluxo de calor variável que propicia uma melhora nesses coeficientes em um modelo unidimensional. Além disso, para estabelecer a relação das propriedades com a temperatura foram realizados experimentos curtos em atmosfera controlada. Dessa forma, as propriedades são estimadas simultaneamente como

constantes em cada um dos experimentos, e foram variadas as temperaturas iniciais de cada um deles. O estudo foi realizado em amostras de aço inoxidável 304 e aço carbono 1045 em uma faixa de temperatura de 25 °C até 150 °C.

No trabalho de Ferreira-Oliveira et al. (2020) foram avaliadas as incertezas associadas ao processo experimental de medição de temperaturas em um problema de condução de calor. Nele, as temperaturas são tomadas por um termopar do tipo K posicionado na extremidade de um cilindro de material metálico. Na extremidade oposta, tal cilindro foi aquecido e toda sua área lateral foi envolta por material isolante, fazendo com que a difusão do calor aconteça apenas em uma direção da amostra. Além disso, o termopar utilizado foi calibrado utilizando o método do ponto fixo em água, no qual a temperatura foi avaliada em seus pontos de fusão e ebulição. Com isso, foram avaliados os possíveis erros associados ao procedimento, como na leitura da temperatura, no posicionamento do sensor, no fluxo de calor imposto e na obtenção das propriedades termofísicas. Tais incertezas foram então combinadas por meio da utilização do Método de Monte Carlo. Para tanto, a cada uma das variáveis foi atribuída uma função de densidade de probabilidade, que quando aplicada na simulação fornece a incerteza expandida associada ao procedimento experimental. Para a faixa de temperatura estudada (-5 °C a 110 °C), os valores obtidos pelos autores estão de acordo com a literatura e confirmam a acurácia e precisão do processo realizado. Destaca-se, por fim, a importância dos cuidados e precauções a serem tomados na realização de experimentos em condução de calor, de modo a reduzir tais incertezas.

Ramos, Carollo e Lima e Silva (2020) estimaram simultaneamente a condutividade térmica e o calor específico de amostras de aço inoxidável 304 e de metal duro levando em consideração os efeitos da resistência de contato em seu cálculo. Além disso, o trabalho apresentado destacou-se por possuir validação experimental e poder ser aplicado em materiais de alta condutividade térmica. Foram avaliados dois fatores principais na determinação dos efeitos da resistência de contato: a presença de ar, responsável pela condutância intersticial e os pontos de contato, responsáveis pela condutância de constrição, que é avaliada pela correlação de Cooper-Mikic-Yovanovich (CMY). Tais consideração proporcionaram maior confiabilidade nos resultados e concordância nos valores obtidos, trazendo baixos valores de desvio padrão nas estimações. Além disso, os resultados obtidos para as propriedades térmicas, que nesse trabalho foram consideradas constantes e estimadas apenas em temperatura ambiente, foram validados estimando-se o fluxo de calor imposto na amostra e comparando-o com o experimental.
D'Alessandro *et al.* (2022) buscaram estabelecer a configuração ideal de fluxo de calor para a estimação simultânea de propriedades térmicas de materiais com altas condutividades térmicas em experimentos transientes. No trabalho foi considerada a difusão bidimensional do calor com condição de fluxo de calor em uma superfície e isolamento nas demais. Por meio da análise de sensibilidade e do critério D-ótimo foram avaliados fluxos de calor constantes e variáveis. Trata-se de um estudo simples, em que a resistência de contato, inércia térmica do aquecedor e perdas de calor foram desconsideradas, mas capaz de avaliar a influência do fluxo do calor e do número de sensores utilizados e de seu posicionamento. O trabalho mostra que informações suficientemente sensíveis podem ser obtidas pelo posicionamento de um único termopar na posição em que sejam encontrados os maiores valores para o determinante da matriz da sensibilidade. Além disso, verificou-se que a utilização de fluxos periódicos pode não ser completamente benéfica para o procedimento de estimação, visto que apesar de diminuir os desvios dos resultados, o custo computacional é seis vezes maior do que o requerido para fluxos uniformes.

Dessa forma, no presente trabalho busca-se aprimorar os trabalhos desenvolvidos até o momento, apresentando uma técnica experimental e direta aplicável a modelos unidimensionais e tridimensionais de condução de calor e a diferentes materiais metálicos variando com a temperatura. Para isso, é realizado um único experimento à temperatura ambiente, levando em consideração os efeitos da resistência de contato e ressaltando as melhorias experimentais proporcionadas pela utilização de um modelo térmico tridimensional por meio da análise de sensibilidade e do critério D-ótimo

3. DESENVOLVIMENTO TEÓRICO

No presente tópico é exposto o embasamento teórico fundamental para o desenvolvimento do processo de estimação simultânea e variando com a temperatura da condutividade térmica e do calor específico em amostras metálicas. São apresentados detalhes dos modelos térmico adotados, do método numérico utilizado na solução direta de temperaturas e das técnicas de solução de problemas inversos, além de análises essenciais para a execução do método e para a análise de seus resultados.

3.1 Modelagem Térmica

São apresentados, primeiramente, os dois modelos térmicos utilizados na obtenção das propriedades térmicas e, em seguida, o detalhamento do procedimento de cálculo da resistência de contato. Nos dois modelos em estudo, os efeitos de convecção e radiação, mudança de fase e geração interna de calor são desprezados, além de serem consideradas a propriedades térmicas dependentes da temperatura.

3.1.1 Modelo térmico unidimensional

Considere uma amostra metálica de seção quadrada aquecida uniformemente em toda sua superfície superior por um fluxo de calor constante e isolada em todas as outras superfícies do domínio, como ilustrado na Figura 3.1.



Figura 3. 1 – Esquema representativo do modelo térmico unidimensional.

A condução de calor através da amostra é expressa pela Equação (3.1), a qual é considerada unidimensional, transiente e não linear.

$$\frac{\partial}{\partial x} \left[k(T) \frac{\partial T}{\partial x} \right] = \rho c_p(T) \frac{\partial T}{\partial t}, \qquad 0 \le x \le L, t > 0$$
(3.1)

onde *x* é a direção da transferência de calor, ρ é a massa específica, tomada como constante, *t* é o tempo e *T* é a temperatura, função de *x* and *t*, *i.e.*, T = T(x, t).

A Equação (3.2) a as Equações (3.3) e (3.4) descrevem, respectivamente, a condição inicial e as condições de contorno impostas no modelo unidimensional.

$$T(x,0) = T_0, \qquad 0 \le x \le L, t = 0$$
 (3.2)

$$-k\frac{\partial T}{\partial x}\Big|_{x=0} = \frac{T_a(t) - T_m(0,t)}{R_c}, \qquad t > 0$$
(3.3)

$$\left. \frac{\partial T}{\partial x} \right|_{x=L} = 0, \qquad t > 0 \tag{3.4}$$

Nas equações anteriores T_0 é a temperatura ambiente, T_m e T_a são respectivamente as temperaturas do metal e do aquecedor resistivo na interface de contato, L é a espessura da amostra e R_c é a resistência de contato, recíproca da condutância térmica de contato h. Ela representa um fator de redução no fluxo de calor (q) fornecido pelo aquecedor resistivo.

A unidimensionalidade do calor transferido é garantida por sua distribuição uniforme em toda superfície superior e também pelas dimensões da amostra, estabelecidas de forma que sua espessura seja muito menor do que qualquer outra dimensão.

3.1.2 Modelo térmico tridimensional

Agora, considere uma amostra metálica retangular e tridimensional aquecida parcialmente em sua superfície superior por um fluxo de calor constante e isolada em todas as outras superfícies do domínio, como ilustrado na Figura 3.2.



Figura 3. 2 - Esquema representativo do modelo térmico tridimensional.

A condução de calor transiente, não linear e tridimensional através da amostra é governada pela equação diferencial expressa no Equação (3.5), sendo considerados apenas termos de condução e com validade no domínio (0 < x < a, 0 < y < b, 0 < z < c, para t > 0).

$$\frac{\partial}{\partial x} \left[k(T) \frac{\partial T}{\partial x} \right] + \frac{\partial}{\partial y} \left[k(T) \frac{\partial T}{\partial y} \right] + \frac{\partial}{\partial z} \left[k(T) \frac{\partial T}{\partial z} \right] = \rho c_p(T) \frac{\partial T}{\partial t}$$
(3.5)

onde (x, y, z) são as coordenadas cartesianas; ρ é a massa específica, considerada constante; t é o tempo; e T é a temperatura, função do tempo e das coordenadas cartesianas, como dado na Equação (3.6):

$$T = T(x, y, z, t)$$
 (3.6)

Inicialmente, todo o modelo é mantido em temperatura ambiente, T_0 , dessa forma, a condição inicial é:

$$T(x, y, z, 0) = T_0 \tag{3.7}$$

Duas condições de contorno diferentes são aplicadas na superfície superior da amostra (R). Na região aquecida (R_1) é considerada a resistência de contato na interface aquecedoramostra, dessa forma, nessa região a condição de contorno é dada por:

$$-k(T)\frac{\partial T}{\partial z}\Big|_{z=0} = \frac{T_a(t) - T_m(0,t)}{R_c}, \text{ em } R_1 \ (0 \le x \le l_a, \ 0 \le y \le l_a, \ z=0, \text{ para } t > 0)$$
(3.8)

No restante da superfície superior (R_2) a condição de contorno é de isolamento térmico, como dado na Equação (3.9).

$$\frac{\partial T}{\partial z}\Big|_{z=0} = 0 \text{ em } R_2 (x, y \in R | (x, y) \notin R_1, \text{ para } t > 0)$$
(3.9)

Todas as outras superfícies do domínio estão também sujeitas a condição de contorno de isolamento térmico, como expresso a seguir:

$$\frac{\partial T}{\partial x}\Big|_{x=0} = \frac{\partial T}{\partial x}\Big|_{x=a} = \frac{\partial T}{\partial y}\Big|_{y=0} = \frac{\partial T}{\partial y}\Big|_{y=b} = \frac{\partial T}{\partial z}\Big|_{z=c} = 0 \text{ para } t > 0$$
(3.10)

onde *R* é a superfície limitada por $(0 \le x \le a, 0 \le y \le b, 0 \ z = 0)$; *l_a* é o comprimento lateral do aquecedor de seção quadrada que delimita o contorno da região *R*₁ onde o fluxo de calor é aplicado.

3.1.3 Cálculo da resistência de contato

Devido à resistência de contato, que desempenha um papel redutor no fluxo de calor imposto, a quantidade de calor direcionado para a amostra é menor do que a intensidade fornecida pelo aquecedor resistivo. A metodologia de resistência de contato aqui utilizada é apresentada em Ramos, Carollo e Lima e Silva (2020) onde a condutância conjunta em duas superfícies de contato é avaliada em nível microscópico.

Recíproca da resistência de contato, a condutância térmica de contato existente entre a amostra e o aquecedor é devida a dois fatores: i) a presença de ar, que resulta na condutância térmica intersticial (h_i) ; ii) e os pontos de contato, responsáveis pela condutância térmica de constrição (h_c) :

$$h = h_c + h_i \tag{3.11}$$

Para materiais isotrópicos, h_c é calculada pela correlação de Cooper-Mikic-Yovanovich (CMY). Rugosidades e carga aplicada são associadas da seguinte forma (ALVARENGA, 2016):

$$h_c = 1,25 \times k_{contato} \frac{m_{rug}}{\sigma_{rug}} \left(\frac{p}{H_c}\right)^{0.95}$$
(3.12)

Na correlação CMY, $k_{contato}$ é a média harmônica da condutividade térmica dos dois materiais em contato, m_{rug} é a inclinação média da interface de contato, σ_{rug} é a rugosidade média, p é a pressão de contato e H_c é a dureza da superfície com maior valor de dureza. O valor de $k_{contato}$ pode ser obtido pela Equação (3.13):

$$k_{contato} = \frac{2k_a k_m}{k_a + k_m} \tag{3.13}$$

onde k_a e k_m correspondem, respectivamente, à condutividade térmica do aquecedor e do material metálico.

Ademais, os termos de rugosidade média e inclinação média da interface de contato, correspondem à raiz quadrada do valor quadrático médio obtido para o aquecedor resistivo e para o metal, como mostrado nas Equações (3.14) e (3.15).

$$\sigma_{rug} = \sqrt{\sigma_{rug,a}^2 + \sigma_{rug,m}^2} \tag{3.14}$$

$$m_{rug} = \sqrt{m_{rug,a}^2 + m_{rug,m}^2} \tag{3.15}$$

A pressão relativa p/H_c pode também ser obtida pela correlação de Vickers, como mostrado na Equação (3.16):

$$\frac{p}{H_c} = \left(\frac{p}{c_l \left(1,62\frac{\sigma_{rug}}{m_{rug}\sigma_0}\right)^{c_2}}\right)^{\frac{l}{l+0,07lc_2}}$$
(3.16)

O valor de σ_0 é 1 µm e os coeficientes c_1 e c_2 são calculados pelas correlações expressas nas Equações (3.17) e (3.18):

$$\frac{c_1}{H_0} = 4 - 5,77 \frac{H_B}{H_0} + 4 \left(\frac{H_B}{H_0}\right)^2 - 0,61 \left(\frac{H_B}{H_0}\right)^3$$
(3.17)

$$c_2 = 0.042 \frac{H_B}{c_1} - 0.37 \tag{3.18}$$

 H_B corresponde à dureza Brinell da amostra metálica e o valor de H_0 corresponde a 3,178 GPa.

A segunda componente da condutância térmica de contato, a condutância térmica intersticial, h_i , é calculada pela seguinte correlação:

$$h_i = \frac{k_f}{\gamma + M_g} \tag{3.19}$$

Na Equação (3.19), k_f é a condutividade do fluido intersticial, o ar, γ é a espessura média de separação entre o aquecedor e a amostra e M_g é o parâmetro do gás, obtido da seguinte forma:

$$M_g = \beta \Lambda \tag{3.20}$$

Tal que:

$$\Lambda = \frac{c_B T_i}{\sqrt{2\pi}D^2 p_g} \tag{3.21}$$

$$T_i = \frac{T_a + T_0}{2} \tag{3.22}$$

Nas relações apresentadas, β é o parâmetro do fluido intersticial, igual a 1,7 para o ar; c_B é a constante de Boltzmann; D é o diâmetro médio das partículas do fluido e p_g é a pressão do fluido, igual à pressão atmosférica, no caso.

3.2 Solução Numérica de Temperatura

Neste trabalho o software COMSOL *Multiphysics* foi escolhido para ser usado na solução numérica do problema direto de condução de calor, visto que é necessário avaliar a distribuição de temperatura de um problema transiente e não linear em modelos unidimensionais e tridimensionais. Este software, baseado no Método do Elementos Finitos (MEF) auxilia também no cálculo de forma eficiente dos coeficientes de sensibilidade para o estudo de aprimoramento do experimento, além de ter a metodologia de resistência de contato já presente em seus componentes. Para avaliar o campo de temperatura transiente na amostra metálica, o COMSOL *Multiphysics* usa o método *Backward Differentiation Formula* (BDF), que é um método implícito de aproximação no tempo, e o pacote *Parallel Direct Sparse Solver* (PARDISO), que é um solucionador direto e eficiente para sistemas lineares e não lineares de equações.

Além disso, na solução do problema inverso o software permite a estimação simultânea das propriedades térmicas de forma rápida e fluida, já que dispõe do recurso *LiveLink for MATLAB*, responsável por conectar os ambientes de obtenção de temperatura numéricas com o campo de programação do MATLAB. Todas as funções necessárias para criação e alteração de modelos ficam disponíveis pela API (*Application Programming Interface*). Assim, é possível que sejam criados programas de resolução de problemas inversos utilizando o cálculo direto de temperatura feito no COMSOL.

Para que se garanta a qualidade da solução de temperaturas obtida pelo software, foi realizado um estudo de convergência das malhas utilizadas para o cálculo das temperaturas nos dois modelos térmicos. Foram consideradas três malhas com diferentes números de elementos e avaliadas a variação de sua resposta, bem como seu tempo de processamento. Na Tabela 3.1 tais parâmetros são detalhados:

Tabela 3. 1 – Número de elementos das malhas testadas no cálculo de temperatura e seus respectivos tempos de processamento.

	Modelo 1D		Modelo 3D			
Tipo de	Número de	Tempo de	Número de elementos		Tempo de	
malha	elementos	processamento	Domínios	Fronteiras	Bordas	processamento
Fine	19	43 s	3383	1516	198	14 min 4 s
Normal	16	39 s	1762	906	155	8 min 21 s
Coarse	11	28 s	1050	606	125	3 min 32 s

No estudo realizado foram avaliados os campos de temperatura calculados em cada uma das configurações de malha para os dois modelos. No modelo unidimensional, a diferença entre as temperaturas calculadas pela malha de 19 e de 11 elementos é inferior a 10^{-6} °C, suas respostas são praticamente idênticas. Já para o modelo tridimensional, a diferença entre as temperaturas calculadas pela malha mais refinada (*fine*) e a mais grosseira (*coarse*) tem resíduo máximo de 0,00032 °C. Dessa forma, em ambos os modelos, foi adotada a malha "*coarse*", já que a mesma garante resultados com qualidade e de forma mais rápida.

Na Figura 3.3 (a) é mostrada a construção geométrica do modelo térmico unidimensional no software. Trata-se de um modelo extremamente simples, cuja única divisão aparente representa as espessuras do aquecedor e da amostra, respectivamente. Em seguida, na Figura 3.3 (b) é mostrada a malha de onze elementos adotada para o cálculo das temperaturas no modelo.



Figura 3. 3 – Modelo unidimensional; (a) geometria construída no COMSOL; (b) Malha adotada no cálculo das temperaturas.

Já na Figura 3.4 são mostradas a construção geométrica do modelo tridimensional e a malha escolhida no cálculo das temperaturas.



Figura 3. 4 - Modelo tridimensional; (a) geometria construída no COMSOL; (b) Malha adotada no cálculo das temperaturas.

Nesse ponto fica claro que a complexidade do modelo térmico tridimensional é bastante superior à do modelo 1D, justificando os tempos maiores de processamentos necessários para solução do modelo.

3.3 Análise de Sensibilidade

A qualidade de um processo de estimação de parâmetros depende, em grande parte, do quão sensível o sistema é às suas variações. Por esse motivo, são estabelecidos critérios para análise e determinação das condições ótimas do processo. No presente trabalho, tal análise é realizada por meio do cálculo dos coeficientes de sensibilidade e do cálculo do critério de sensibilidade D-ótimo. Por meio de tal estudo, é possível que sejam determinados aspectos experimentais essenciais, como o número de sensores de temperatura e suas posições, o tempo dos ensaios, a intensidade do fluxo de calor e o intervalo de tempo de sua aplicação. São buscadas condições que maximizem as sensibilidades, visto que quanto maior sua magnitude, maior é a confiabilidade dos resultados.

3.3.1 Coeficientes de sensibilidade

Nos problemas inversos em condução de calor, os coeficientes de sensibilidade avaliam a resposta da temperatura em relação a uma mudança no parâmetro térmico analisado. Uma baixa sensibilidade denota que grandes mudanças no parâmetro em estudo resultam em pequenas mudanças no campo de temperatura. Isso significa que estimar tal parâmetro a partir das medições de temperatura é consequentemente difícil já que o problema inverso será mal condicionado. Problemas inversos são também mal condicionados se os coeficientes de sensibilidade forem linearmente dependentes entre si, ou em outras palavras, se uma das sensibilidades é uma combinação da outra. Em termos matemáticos, os coeficientes de sensibilidade são a primeira derivada parcial da temperatura com relação ao parâmetro sendo estimado. Para estimações simultâneas é conveniente utilizar coeficientes de sensibilidade modificados para que seja possível a comparação de diferentes sensibilidades com a mesma unidade de medida. Os coeficientes de sensibilidade modificados (**X**) possuem unidade de temperatura e são iguais aos coeficientes padrão multiplicados pelo parâmetro sendo estimado. Então, os coeficientes de sensibilidade modificados podem ser escritos como dado na Equação (3.23):

$$\mathbf{X}_{P_j} = P_j \frac{\partial \mathbf{T}}{\partial P_j} \tag{3.23}$$

onde **T** é o vetor de temperaturas calculadas numericamente, *P* o parâmetro que se deseja analisar e o *j* o contador para o número de parâmetros. Além disso, no presente estudo $\mathbf{P} = [k, c_p]$, então, utilizando o método das diferenças finitas, os coeficientes podem ser aproximados como mostrado nas Equações (3.24) e (3.25).

$$\mathbf{X}_{k} = k \frac{\mathbf{T}(k + \delta k, c_{p}) - \mathbf{T}(k, c_{p})}{\delta k}$$
(3.24)

$$\mathbf{X}_{c_p} = c_p \frac{\mathbf{T}(k, c_p + \delta c_p) - \mathbf{T}(k, c_p)}{\delta c_p}$$
(3.25)

onde δ é uma pequena variação a ser imposta, aqui escolhida como 0,001.

Para que se garanta uma estimação confiável e acurada é de extrema importância a obtenção de coeficientes de sensibilidade modificados linearmente independentes (não correlacionados) e com grandes magnitudes. Tais especificações tem sua importância evidenciada quando a estimação dos parâmetros é realizada com auxílio de técnicas baseadas no cálculo de gradientes, como no presente trabalho, já que impossibilitariam a convergência do método. Ainda, mesmo com a utilização de métodos estocásticos o não cumprimento dos critérios impossibilita a obtenção de soluções confiáveis para o problema inverso, já que o mesmo não atende simultaneamente os requisitos de existência, unicidade e estabilidade.

3.3.2 Critério de sensibilidade D-ótimo

Existem situações em que mesmo com coeficientes de sensibilidade modificados pode ser difícil tirar conclusões sobre as condições ideais para avaliar os parâmetros desejados. É ainda mais difícil quando o problema apresentado lida com diversos parâmetros e múltiplas dimensões, já que os dados gerados devem ser examinados graficamente. Esta condição requer um critério simples para avaliar a sensibilidade. O critério D-ótimo foi bem sucedido ao ser empregado como um método de projeto experimental em transferência de calor nos trabalhos de Taktak, Beck e Scott (1993) e Dowding e Blackwell (2001). Este critério é formulado com base na maximização do determinante Δ da matriz de informação $\mathbf{J}^T \mathbf{J}$, que é construído a partir da matriz de sensibilidade \mathbf{J} e sua transposta, conforme segue:

$$\Delta \equiv \left| \mathbf{J}^T \mathbf{J} \right| \tag{3.26}$$

Na Equação (3.26), **J** é a matriz de sensibilidade definida como:

$$\mathbf{J} = \frac{\partial \mathbf{T}^T}{\partial \mathbf{P}} \tag{3.27}$$

As entradas da matriz são as primeiras derivadas parciais da variável dependente **T**, que é tomado para cada tempo e possível localização do sensor, em relação à variável independente **P**, que contém os parâmetros que são o alvo da técnica de estimação aqui proposta. Todas as sensibilidades são calculadas usando uma aproximação por Diferenças Finitas.

Este critério fornece orientação para projetos experimentais ao lidar com problemas de várias dimensões e que requerem que um pequeno número de sensores seja utilizado, por razões práticas. Assim, aliado a análise preliminar dos coeficientes de sensibilidade modificados, pode-se avaliar quais locais no modelo térmico podem contribuir para medições de temperatura mais sensíveis, resultando em melhores condições para a estimação simultânea da condutividade térmica e do calor específico nas amostras metálicas.

O cálculo da sensibilidade é feito a partir das propriedades à temperatura ambiente. A dependência da temperatura conduz a uma sensibilidade ligeiramente diferente, contudo esta análise busca apenas fornecer conhecimento prévio sobre a viabilidade do procedimento.

3.4 Técnicas de Problemas Inversos em Condução de Calor

Em problemas diretos de condução de calor, a condição inicial, as condições de contorno, as propriedades termofísicas são conhecidas e possibilitam o cálculo numérico do campo de temperaturas transientes na amostra metálica. Para o problema inverso,

diferentemente, as propriedades térmicas e posteriormente o fluxo de calor são considerados desconhecidos, enquanto as temperaturas são medidas experimentalmente. Para encontrar a solução e assim identificar os parâmetros desconhecidos, as temperaturas numéricas são comparadas com temperaturas experimentais em uma função objetivo. Então, o problema inverso é formulado como um problema de minimização.

3.4.1 Estimação simultânea de propriedades térmicas

As propriedades térmicas são estimadas de forma simultânea e sequencial ao longo de todo o domínio de temperaturas utilizando o método de otimização L-M. Para isso é definida uma função objetivo expressa pelo quadrado da diferença entre o vetor **Y** de temperaturas experimentais medidas em cada amostra e o vetor **T** de temperaturas numéricas, obtidas pelo software COMSOL Multiphysics, dependente de um vetor de parâmetros desconhecidos **P** composto pelas propriedades térmicas do material.

A fim de determinar os parâmetros que compõe o vetor **P**, neste trabalho, uma versão ligeiramente modificada do algoritmo L-M descrito em Ozisik e Orlande (2000) é usado para minimizar a função objetivo. Aqui, a concepção de tempos futuros é introduzida a fim de regularizar o método inverso. O problema de mínimos quadrados regularizados é resolvido em cada passo de tempo *j* usando *r* número de passos de tempos futuros como dados. Isto significa que a comparação entre temperaturas não é feita de forma pontual. A cada observação são considerados além da leitura atual também um determinado número de leituras subsequentes. Assim, os valores obtidos para cada propriedades estão menos sujeitos às incertezas de medição. Dessa forma, dentro do intervalo de tempo de *j* até *j*+*r*-*1* os valores de *k* e c_p são considerados constantes.

Assim, a cada leitura de temperatura *i*, a função objetivo pode ser escrita como:

$$S(\mathbf{P}) = \sum_{j=1}^{r} \left[Y_{i+j-1} - T_{i+j-1}(\mathbf{P}) \right]^2$$
(3.28)

Uma vez que os vetores de temperatura experimental e numérica sejam correspondentes, o valor ideal para os parâmetros buscados é aquele que minimize sua diferença e, portanto, o valor da função *S*, que em sua forma vetorial pode ser escrita como:

$$\mathbf{S} = (\mathbf{Y} - \mathbf{T}(\mathbf{P}))^T (\mathbf{Y} - \mathbf{T}(\mathbf{P})) \tag{3.29}$$

Da minimização da função S, é obtida a seguinte expressão:

$$\mathbf{P}^{n+1} = \mathbf{P}^n + \left[(\mathbf{J}^n)^T \mathbf{J}^n + \mu^n \mathbf{\Omega}^n \right]^{-1} (\mathbf{J}^n)^T [\mathbf{Y} - \mathbf{T} (\mathbf{P}^n)]$$
(3.30)

Na Equação (3.30), *n* representa o número da iteração, μ é o fator de amortecimento, um escalar positivo atualizado a cada iteração buscando suavizar o processo de estimação, **J** é a matriz de sensibilidade mostrada na Equação (3.27) da seção 3.3.2 e Ω uma matriz formada a partir da matriz **J**, definida como:

$$\mathbf{\Omega} = diag[(\mathbf{J})^T \mathbf{J}] \tag{3.31}$$

O processo ocorre até que um dos critérios de parada a seguir seja atingido:

$$S(\mathbf{P}^{n+1}) \le \varepsilon \tag{3.32}$$

$$\left|\mathbf{P}^{n+1}-\mathbf{P}^{n}\right| \leq \varepsilon \tag{3.33}$$

O valor do termo ε é obtido a partir do princípio da discrepância de Beck, Blackwell e Clair (1985). Para esta teoria, pode-se supor que a solução inversa é suficientemente precisa quando o resíduo entre as temperaturas medidas e numéricas tem a mesma ordem de grandeza dos erros dos dados de temperatura. Matematicamente:

$$\varepsilon = r\sigma^2 \tag{3.34}$$

Sendo σ^2 a variância das temperaturas medidas experimentalmente.

Dessa forma, para cada ponto de temperatura i, sendo i = 1, 2, ..., N-r-1, a obtenção das propriedades térmicas correspondentes se dá como segue:

- 1. Estabeleça o fator de amortecimento inicial, $\mu^n = 0,001$;
- 2. Estabeleça o chute inicial, \mathbf{P}_i^n ;
- 3. Utilize o chute inicial para calcular numericamente o campo de temperaturas $\mathbf{T}(\mathbf{P}_{i}^{n})$;

- 4. Calcule o valor da função objetivo *Sⁿ* utilizando a Eq. (3.28);
- 5. Se o valor de *S* satisfaz a condição da Eq. (3.32) ou (3.33), $\mathbf{P}_i^n = \mathbf{P}_i$ e i = i + 1. Se não, vá para o passo 6;
- 6. Calcule a matriz de sensibilidade \mathbf{J}^n e a matriz diagonal $\mathbf{\Omega}^n$;
- 7. Obtenha o novo vetor de parâmetros \mathbf{P}_i^{n+1} a partir de Eq. (3.30).
- 8. Calcule o novo vetor de temperaturas numéricas $T(P_i^{n+1})$
- 9. Calcule a nova função objetivo S^{n+1} ;
- 10. Se algum dos critérios das Eqs. (3.32) ou (3.33) é satisfeito, $\mathbf{P}_i^{n+1} = \mathbf{P}_i$ e i = i + 1. Se não, se $S^{n+1} \ge S^n$ então $\mu^{n+1} = 10\mu^n$ e se não $\mu^{n+1} = 0.1\mu^n$;
- 11. Comece uma nova iteração n = n + 1 e retorne ao passo 6.

A partir dos passos descritos, a cada iteração realizada são obtidas as propriedades k_i e c_{pi} correspondentes ao instante de tempo atual, t_i e à temperatura atual, T_i . Dessa forma, podese estabelecer uma relação entre as propriedades térmicas e os diferentes níveis de temperatura.

A regularização desses resultados é feita utilizando o conceito de tempos futuros, no qual temporariamente assume-se que as propriedades térmicas permanecem constantes no instante j até os próximos r tempos futuros. A regularização por tempos futuros é atribuída a Beck, Blackwell e Clair (1985) de onde é estabelecido que o valor de r deve ser o menor possível desde que colabore para reduzir o ruído dos resultados. Como afirmado por Woodbury (2003), a seleção do número de tempos futuros trata-se mais de arte do que de ciência. Um número muito pequeno ainda levará a oscilações ou soluções não convergentes enquanto um número muito grande suavizará demais os resultados. Como tal, um número intermediário geralmente é escolhido com base em tentativa e erro. No presente trabalho, entretanto, e em algoritmos de estimação de propriedades térmicas existe um fator importante a ser levado em consideração. Como estabelecido por Carollo, Lima e Silva e Lima e Silva (2012) em intervalos de temperatura maiores do que 5 °C não há garantia de que as propriedades térmicas permaneçam constantes, de forma geral, considera-se que a partir de tal variação de temperatura hajam também variações significativas nas propriedades térmicas. Dessa forma, estabelece-se que na escolha do número tempos futuros seja avaliada a variação de temperatura ocorrida naquele intervalo de tempo, sendo ela limitada a não mais do 5 °C, já que dentro desse intervalo as propriedades são temporariamente consideradas constantes.

Cabe ressaltar, entretanto, que mesmo utilizando métodos de regularização a convergência do método pode falhar e deixar de gerar uma sequência correta de estimações,

sendo necessário que algumas condições para a escolha do vetor de valores iniciais sejam impostas. A mais importante delas requer que seu valor esteja suficientemente próximo dos parâmetros reais buscados, exigindo um conhecimento prévio das características do material em estudo. Nos casos em que não há informações prévias quanto ao valor das propriedades térmicas, pode-se recorrer a algoritmos de inteligência artificial para encontrar os valores dos primeiros passos de tempo e então usá-los como chute inicial para os passos seguintes.

3.4.2 Estimação do fluxo de calor

Visando garantir a robustez dos resultados obtidos para $k e c_p$, o fluxo de calor aplicado na superfície aquecida das amostras é recuperado usando os dados de temperatura transiente medidos e as curvas estimadas para as propriedades termofísicas previamente determinadas. Na obtenção do fluxo de calor é utilizado o Método da Função Especificada Não-Linear, detalhado a seguir.

Na solução do problema inverso uma nova função objetivo (F) é proposta. Novamente sua definição envolve o quadrado da diferença entre temperaturas experimentais **Y** e temperaturas numéricas **T**, que neste caso são função do fluxo de calor q.

$$F(q) = \sum_{j=1}^{r} \left[Y_{i+j-1} - T_{i+j-1}(q) \right]^2$$
(3.35)

A regularização dos resultados também é feita pela utilização de tempos futuros, assim, as componentes do fluxo de calor de q_1 até q_{N-r-1} são estimados iterativamente a cada passo de tempo. Cada componente q_i é calculado com o uso da informação de temperatura futura do tempo t_i até o tempo t_{i+r-1} . Então, primeiramente, o fluxo de calor é discretizado e seus componentes são assumidos como constantes dentro deste período de tempo, como segue:

$$q_i = q_{i+1} = \dots = q_{i+r-1} \tag{3.36}$$

A regularização por tempos futuros garante estabilidade e suavidade no histórico de fluxo de calor estimado. Assim como na estimação das propriedades, os componentes do fluxo

de calor são determinados usando dados de temperatura dos próximos *r* intervalos de tempo futuros.

Uma vez que a temperatura T é uma função contínua do fluxo de calor **q**, a temperatura numérica T_{i+j-1} pode ser expressa por meio de uma aproximação da série de Taylor de primeira ordem, como segue:

$$T_{i+j-1}^{n+1} \cong T_{i+j-1}^{n} + \frac{\partial T_{i+j-1}^{n}}{\partial q_{i}^{n+1}} (q_{i}^{n+1} - q_{i}^{n})$$
(3.37)

A primeira derivada parcial na Equação (3.37) é o coeficiente de sensibilidade do fluxo de calor (φ). Aqui, é conveniente calcular a sensibilidade do fluxo de calor usando um esquema de Diferenças Finitas:

$$\varphi_{i+j-I}^{n} = \frac{\partial T_{i+j-I}^{n}}{\partial q_{i}^{n+I}} \cong \frac{T_{i+j-I}(q_{i}^{n} + \delta q_{i}^{n}) - T_{i+j-I}(q_{i}^{n})}{\delta q_{i}^{n}}$$
(3.38)

Então a Equação (3.37) pode ser reescrita como:

$$T_{i+j-1}^{n+1} \cong T_{i+j-1}^{n} + \varphi_{i+j-1}^{n} (q_i^{n+1} - q_i^n)$$
(3.39)

Substituindo a Equação (3.39) na Equação (3.35) e minimizando a última em relação ao elemento de fluxo de calor q_i , implica:

$$q_{i}^{n+1} = q_{i}^{n} + \frac{\sum_{j=1}^{r} \left[Y_{i+j-1} - T_{i+j-1}(q_{i}^{n}) \right]^{2} \varphi_{i+j-1}^{n}}{\sum_{j=1}^{r} \left(\varphi_{i+j-1}^{n} \right)^{2}}$$
(3.40)

A expressão na Equação (3.40) é empregada iterativamente para determinar todos os elementos do histórico do fluxo de calor. A iteração continua até que a diferença entre q_i^{n+1} e q_i^n seja menor ou igual a ε .

$$\left|q_{i}^{n+1}-q_{i}^{n}\right|\leq\varepsilon\tag{3.41}$$

Uma seleção adequada do parâmetro r leva a uma curva de fluxo de calor suave e bem comportada, pois fornece mais estabilidade ao método. Como expresso anteriormente, ajustar o parâmetro r é muitas vezes uma questão subjetiva e empírica, na qual o comportamento das zonas de mudança rápida e os resíduos do fluxo de calor estimado devem ser examinados graficamente a cada tentativa (DOWDING *et al.*, 1995). A seleção adequada deve ser uma compensação entre a estabilidade e o viés da estimativa. A este respeito, o princípio da discrepância também pode ser seguido como orientação. Este conceito afirma que o valor de r pode ser escolhido o menor possível, mas grande o suficiente para que o desvio quadrático médio na estimativa seja igual ao ruído nos dados, ou seja, o desvio padrão das medições de temperatura (WOODBURY e BECK, 2013).

3.5 Intervalos de Confiança

Um procedimento de estimação não pode ser considerado completo sem fornecer uma estimativa de seus intervalos de confiança. A estimativa do intervalo de confiança é a determinação dos limites de desvio entre os quais provavelmente se situa o verdadeiro valor médio. É uma abordagem apropriada ao realizar uma análise da precisão de uma técnica de estimativa (ROBINSON, 2008).

Segundo Seber e Wild (2003), o método de Bonferroni pode ser utilizado para fornecer uma aproximação dos desvios padrão das estimativas. Este método quantitativo calcula os limites de confiança de cada estimativa usando os elementos diagonais da matriz de covariância de erros de medição, como segue:

$$\operatorname{cov}(\mathbf{P}) = \left(\mathbf{J}^{\mathrm{T}}\mathbf{J}\right)^{-1} \sigma^{2}$$
(3.42)

Para cada ponto, o intervalo de confiança para cada parâmetro *l* pode ser construído como:

$$\overline{P}_l \pm t_{l-\alpha/2l}^{N-l} (C_{ll})^{1/2} \sigma \tag{3.43}$$

Nas Equações (3.42) e (3.43), σ é o desvio padrão dos resíduos de temperatura; \overline{P} é o valor médio do parâmetro estimado; $t_{1-\alpha/2l}^{N-l}$ é a distribuição t para (N-1) graus de liberdade e

intervalo de confiança de $100(1 - \alpha)$ % - o valor de α é assumido como 0,05, que é para uma probabilidade de 95%; *N* é o número total de observações; *l* é o número de parâmetros que são estimados; e o termo $C_{ll}\sigma^2$ é o *l*-ésimo elemento da diagonal da matriz de covariância na Equação (3.42)

Portanto, o intervalo de $\left[\overline{P}_{l}-t_{l-\alpha/2l}^{m-l}(C_{ll})^{1/2}\sigma\right]$ até $\left[\overline{P}_{l}+t_{l-\alpha/2l}^{m-l}(C_{ll})^{1/2}\sigma\right]$ é o intervalo de confiança para a estimativa P_{l} com nível de confiança $1-\alpha$.

Uma vez calculados os intervalos de confiança de 95% para todas as estimativas, são feitos ajustes de regressão linear a esses valores brutos para obter as linhas que aproximam os desvios das propriedades termofísicas estimadas.

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A solução do problema inverso proposto é dada pela comparação de temperaturas numéricas calculadas para diferentes valores de propriedades térmicas e temperaturas experimentais medidas na amostra de material. Dessa forma, o procedimento experimental descrito a seguir visa atender os modelos térmicos descritos nas seções 3.1.1 e 3.2.2, tornando possível encontrar os parâmetros responsáveis pela resposta térmica do material.

4.1 Aspectos Experimentais

Aspectos experimentais essenciais, como o número de sensores de temperatura e suas posições, o tempo dos ensaios, a intensidade do fluxo de calor e o intervalo de tempo de sua aplicação são aqui determinados por meio da análise de sensibilidade.

4.1.1 Experimento unidimensional

Como discutido anteriormente, é buscado um arranjo experimental que maximize os coeficientes de sensibilidade do modelo. Dessa forma, é estabelecido que o posicionamento dos sensores de temperatura deve ser feito em regiões que resultem em maiores sensibilidades. Na Figura 4.1 é mostrado o comportamento dos coeficientes de sensibilidade modificados para cada um dos materiais em estudo no modelo 1D para diferentes posições ao longo da amostra.

Para materiais metálicos, como os aqui em estudo, os coeficientes de sensibilidade para condutividade térmica X_k são normalmente mais altos perto de regiões aquecidas. Isso significa que uma melhor sensibilidade, em valores absolutos, é obtida nos pontos da superfície sob o aquecedor (x = 0), como mostrado na Figura 4.1. No entanto, muitas vezes não é viável medir a temperatura nesses locais usando termopares, uma vez que o sensor afeta fortemente o posicionamento do aquecedor, aumentando os efeitos da resistência de contato e levando a perdas de calor entre o aquecedor e o metal.



Figura 4. 1 – Coeficientes de sensibilidade modificados para diferentes posições do modelo térmico unidimensional para (a) aço inoxidável 304; (b) aço inoxidável 316; (c) aço carbono 1045; (d) metal duro WC10Co.

Além disso, cabe destacar que o modelo unidimensional possui apenas duas superfícies de acesso, x = 0 e x = L. Para que medidas de temperatura sejam feitas em posições intermediárias (x = 0,25; x = 0,50; x = 0,75) seria necessário que os sensores de temperatura fossem introduzidos no interior da amostra por furos usinados no metal. Sabe-se, entretanto, que fios de termopares embutidos precisam que algum material de preenchimento seja

introduzido no furo fresado, o que causaria um efeito de descontinuidade na amostra (MARTÍNEZ, ILLÁN, SOLANO, 2017). Além disso, quando comparados aos pontos das superfícies de acesso, as posições intermediárias fornecem menores coeficientes de sensibilidade.

Neste contexto, apenas a superfície inferior pode ser explorada para coletar dados de temperatura com termopares de fio no modelo térmico 1D. Dessa forma, sendo a superfície inferior o único ponto disponível para coletar temperatura, além de apresentar a segunda melhor sensibilidade, os dados do experimento 1D foram medidos em x = L. Nos trabalhos de D'Alessandro, De Monte e Amos (2019), Ramos, Carollo e Lima e Silva (2020) os pesquisadores já mostraram que esse local pode transmitir informações sensíveis o suficiente para realizar o processo de estimação.

Além disso, ainda na Figura 4.1, pode-se observar que o valor absoluto de sensibilidade para o calor específico, X_{c_p} aumenta continuamente ao longo do experimento, não apresentando diferença prática entre diferentes locais, enquanto X_k apresenta valores diferentes para cada posição investigada. Em resumo, para todas as localidades, X_{c_p} responde linearmente à variação de temperatura, e isso indica que quanto maior a variação, maior o valor absoluto da sensibilidade para c_p . Por outro lado, a norma de X_k aumenta rapidamente atingindo seu valor absoluto máximo que fica inalterado até o fim do experimento, indicando que esse parâmetro é sensível tanto à intensidade quanto à variação do fluxo de calor. Isso significa que apesar de não ser alterada de acordo com a variação na temperatura, quanto maior o fluxo de calor aplicado, maior é a sensibilidade para k.

Dessa forma, conclui-se que a maximização dos coeficientes é condicionada à maximização do fluxo de calor e da variação de temperatura, sendo a última proporcional a tal fluxo e ao seu tempo de aplicação. Assim, buscou-se aplicar nas amostras o maior fluxo praticável pelo maior tempo possível. As limitações para os dois aspectos vêm dos materiais e equipamentos utilizados na montagem experimental. O fluxo de calor aplicado é o maior possível dada a especificação do fabricante do aquecedor resistivo. Fluxos de maior intensidade acarretariam na queima do componente. Quanto a duração do experimento, esta é limitada pela temperatura máxima suportada tanto pelo isolamento cerâmico quanto pelo material do aquecedor. Experimentos com maior duração trariam maiores temperaturas que danificariam os componentes, além de trazerem maiores perdas de calor. Idealmente, um experimento eficiente deve possuir o maior fluxo de calor possível para que atinja altas temperaturas em um curto espaço de tempo.

4.1.2 Experimento tridimensional

Diferentemente do modelo 1D, o modelo tridimensional possui seis superfícies de acesso, nas quais o calor é difundido de maneira assimétrica. Nesse caso, a localização do sensor de temperatura foi determinada pelo critério de sensibilidade D-ótimo. Na Figura 4.2 é mostrada uma representação dos resultados obtidos para o critério em todas as superfícies da amostra, bem como a localização ideal escolhida para o sensor.



Figura 4. 2 – Resultados para o critério de sensibilidade D-ótimo em todas as superfícies da amostra. Vista desdobrada com localização do termopar.

As melhores regiões para o posicionamento são aquelas em que há maior densidade de informações, ou seja, naquelas em que o critério assume maiores valores. Por meio da análise da Figura 4.2, percebe-se que algumas zonas das superfícies *I*, *II*, *III* e *VI* tem valores de Δ da

mesma ordem de magnitude e seriam ideais para o posicionamento de sensores. Entretanto, nos procedimentos de estimação de propriedades térmicas em que se faz uso de termopares é de importância prática a utilização do menor número de sensores possível. Isso se deve ao fato de que seu posicionamento gera interferências no modelo, já que os efeitos do diâmetro da solda e da presença dos fios ainda não são possíveis de serem modelados. Além disso, o aumento do número de sensores gera uma queda na frequência de aquisição de dados, proporcionando um menor número de informações por unidade de tempo. Ademais dos empecilhos experimentais, existem também as dificuldades numéricas, visto que o custo computacional é diretamente proporcional ao número de sensores. Trabalhos como do D'Alessandro *et al.* (2022) já mostraram que a utilização de um único sensor de temperatura pode fornecer informações suficientemente sensíveis para viabilizar o processo de estimação de propriedades.

Dessa forma, e também para efeito de comparação com o modelo unidimensional, dentre as quatro superfícies disponíveis (*I*, *II*, *III* e *VI*) é necessário determinar apenas uma para o posicionamento do termopar. Da análise apresentada anteriormente para o modelo 1D, sabese que é inviável a medição de temperaturas com termopares na região de maior sensibilidade da superfície *I*. Isso se deve à interferência gerada pelo posicionamento entre a amostra e o aquecedor que acarretaria no aumento do efeito da resistência de contato e traria maiores perdas de calor. Quanto às regiões de alta sensibilidade das superfícies *II* e *III*, apesar de estarem próximas da área de aquecimento, também não são, na prática, ideais para o posicionamento de termopares, já que quando comparadas à região da superfície *VI* tais regiões estão mais sujeitas a perda de calor, visto que são regiões laterais e dada a configuração da montagem, o isolamento se dá de forma mais eficiente na superfície inferior. Assim, levando tais informações em consideração, bem como os resultados para a sensibilidade, foi posicionado um único termopar na superfície *VI*, como mostrado na Figura 4.2, na posição (2; 2; 9.9) mm.

Quanto ao fluxo de calor e seu intervalo de aplicação, foram adotados os mesmos valores escolhidos para o experimento 1D, visando uma melhor comparação entre os modelos. Além disso, como verificado, tais valores também maximizam os coeficientes de sensibilidade do modelo 3D.

4.2 Montagem Experimental

A bancada experimental consiste de uma amostra metálica localizada entre um aquecedor resistivo (Omega SRFGA20210, 336.6 Ω) e um par de blocos de isolamento

cerâmico (k = 0.05 W m⁻¹ K⁻¹ e $c_p = 865$ J kg⁻¹ K⁻¹, em temperatura ambiente). As amostras de cada modelo térmico são aquecidas por 300 s por um fluxo de calor constante de 20000 W m⁻² fornecido pelo aquecedor resistivo, enquanto as demais superfícies são mantidas isoladas termicamente pela cerâmica. Na Figura 4.3 é mostrado um esquema representativo da bancada experimental utilizada.



Figura 4. 3 - Diagrama esquemático do arranjo experimental empregado para estimar as propriedades térmicas dependentes da temperatura, com a vista explodida do conjunto de teste.

São utilizadas cinco amostras metálicas de quatro materiais diferentes. Duas amostras de aço inoxidável 304 (uma unidimensional e uma tridimensional) e outras três amostras unidimensionais de aço inoxidável 316, aço carbono 1045 e metal duro WC10Co. Os experimentos são realizados em temperatura ambiente e as dimensões das amostras são especificadas na Tabela 4.1. Tais dimensões foram obtidas com o auxílio de um paquímetro (Mitutoyo 530-104BR, resolução: \pm 0,05 milímetros). O peso das amostras, avaliado por uma balança de precisão (Bel S2202H, resolução: \pm 0,1 g), foi divido pelo volume obtido de suas dimensões, resultando nas massas específicas também expressas na Tabela 4.1.

O termopar utilizado é do tipo T (30 AWG, resolução: $\pm 0,1$ °C, diâmetro de 0,25 mm), calibrado em um banho termostático (Marconi MA-184, resolução: $\pm 0,01$ °C) e soldado nas amostras utilizando uma descarga capacitiva.

Amostra	Comprimento (mm)	Largura (mm)	Espessura (mm)	Massa específica (kg m ⁻³)	Rugosidade (µm)	Dureza (HB)
Aço 304 3D	99,80	60,30	9,90	8024	0,21	126
Aço 304 1D	49,90	50,00	10,20	8024	0,18	128
Aço 316 1D	50,10	50,10	9,90	7986	0,19	123
Aço 1045 1D	50,00	50,10	10,10	7796	0,18	189
WC10Co 1D	49,90	49,90	10,20	14484	0,24	617*

Tabela 4. 1 – Dimensões e parâmetros das amostras metálicas em estudo.

* O valor indicado é convertido da escala Rockwell C.

Uma fonte de alimentação digital programável de corrente contínua (IT6953A, contagem mínima: 0,001 A e 0,001 V) regula a entrada de energia fornecida ao aquecedor resistivo. O fluxo de calor experimental, adotado por meio da análise de sensibilidade, é calculado usando os seguintes parâmetros: área de aquecimento do aquecedor, resistência elétrica e corrente elétrica, avaliada por um multímetro digital (Minipa ET-2042-C, resolução: $\pm 0,01 \text{ A}, \pm 0,1 \Omega$).

Para o cálculo da resistência de contato, deve-se medir algumas grandezas físicas. Um medidor de rugosidade digital (Mitutoyo SJ210, resolução de \pm 0,01 µm) avaliou a rugosidade da superfície das amostras, expressas na Tabela 4.1, e do aquecedor como 0,83 µm. A pressão de contato de foi determinada dividindo o peso da montagem experimental pela área de sua seção transversal, resultando em 1411,7 N m⁻² e 1293,3 N m⁻² para os modelos 1D e 3D, respectivamente, valores obtidos pela balança de precisão e pelo paquímetro. A dureza das amostras metálicas foi medida usando um durômetro (Otto Wolpert-Werke Testor HT1, resolução \pm 0,5 HB, \pm 0,5 HRC). Todos os valores citados são especificados para cada uma das amostras na Tabela 4.1.

As temperaturas experimentais foram coletadas em intervalos de 0,1 segundos por um sistema de aquisição de dados (DAQ-Keysight 34980A) e, em seguida, gravadas em um computador, no qual a solução do problema inverso é obtida utilizando o MATLAB. Para obter resultados confiáveis, 10 experimentos foram realizados para cada material sob condições controladas de laboratório.

5. RESULTADOS

A análise de sensibilidade visa, além da definição das condições ideais para a realização dos experimentos, determinar a viabilidade do processo de estimação. Como discutido anteriormente, é de extrema a importância a obtenção de coeficientes de sensibilidade modificados com grandes magnitudes e que variem de formas independentes, sem apresentar correlação. Tais condições são essenciais para a estabilidade da solução, gerando uma matriz de sensibilidade bem condicionada. Na Figura 5.1 são mostrados os coeficientes de sensibilidade modificados para a condutividade térmica em cada um dos materiais testados no modelo térmico unidimensional em x = L, onde o sensor de temperatura está posicionado.



Figura 5. 1 – Coeficientes de sensibilidade modificados para k calculados em x = L para todos os materiais em estudo no modelo unidimensional.

Em seguida, na Figura 5.2 são apresentados os coeficientes de sensibilidade modificados para o calor específico na mesma posição, também no modelo unidimensional e para cada um dos materiais utilizados.



Figura 5. 2 - Coeficientes de sensibilidade modificados para c_p calculados em x = L para todos os materiais em estudo no modelo unidimensional.

É notável que em todos os materiais analisados o comportamento de ambos os coeficientes não muda. X_k apresenta rápido crescimento e se estabiliza logo nos primeiros segundos, assumindo valor constante até o final do experimento. Seu comportamento é similar ao do fluxo de calor imposto na amostra. Por outro lado, o valor absoluto de X_{cp} tem taxa de crescimento constante, proporcional à variação da temperatura. Sendo assim, seu valor cresce até o fim do experimento. Observa-se, também, que claramente as curvas de sensibilidade de cada propriedade não apresentam dependência linear uma com a outra, variando de forma independente e singular. Além disso, no caso do calor específico, não é apresentada diferença significativa entre os coeficientes de cada material utilizado.

Nos resultados apresentados, o principal problema refere-se às magnitudes dos coeficientes obtidos para k. Em ordem crescente quanto a condutividade térmica à temperatura ambiente, tem-se: aço inoxidável 316, aço inoxidável 304, aço carbono 1045 e metal duro WC10Co. Dessa forma, é possível verificar que com o aumento da condutividade térmica existe uma queda significativa nos coeficientes de sensibilidade com relação a k. Além disso, mesmo o maior valor de sensibilidade apresentado para o parâmetro, no aço inoxidável 316, (de ordem 10^0) não se compara aos coeficientes obtidos para c_p (de ordem 10^2). Tais diferenças podem

acarretar em instabilidades na estimação, visto que, se muito próximos de zero, os coeficientes de sensibilidade com relação a *k*, tornam a matriz de sensibilidade mal condicionada.

Dessa forma, a utilização do modelo térmico tridimensional traz vantagens quando comparado a modelos mais simples baseados na condução de calor unidimensional. Pode-se observar na Figura 5.2 que o modelo térmico 3D apresentado no trabalho fornece dados de temperatura muito mais sensíveis a k do que um modelo térmico 1D com a mesma espessura e sujeito a mesma intensidade de fluxo de calor e para o mesmo material (aço inoxidável 304).



Figura 5. 3 – Comparação dos coeficientes de sensibilidade modificados para *k* nos modelos 1D e 3D para o aço inoxidável 304.

Tal fator é de extrema relevância, dada a dificuldade enfrentada na obtenção de sensibilidade suficiente com relação a condutividade térmica em materiais metálicos. Para esses materiais, a temperatura é mais sensível a c_p do que a k, o que significa que durante o processo de estimação, os valores obtidos para condutividade térmica sofrem maior impacto das incertezas de medição. Também, da Figura 5.4 observa-se que os coeficientes de sensibilidade para c_p , apesar de apresentarem uma suave diminuição no modelo térmico tridimensional, são de grande magnitude para os dois modelos. Além disso, comparando o comportamento para as duas propriedades térmicas no modelo 3D, é possível notar que os coeficientes não apresentam

dependência linear entre si, ou seja, não estão correlacionados e durante todo o experimento apresentam valores satisfatórios e de mesma ordem de magnitude.



Figura 5. 4 - Comparação dos coeficientes de sensibilidade modificados para c_p nos modelos 1D e 3D para o aço inoxidável 304.

Dessa forma, espera-se que a estimação simultânea das propriedades seja realizada com dados de temperatura suficientemente sensíveis. Entretanto, tratando-se de materiais metálicos em um experimento tridimensional, certas dificuldades para obtenção de uma boa concordância entre os dados medidos e calculados numericamente podem ser encontradas. Existem duas dificuldades principais: i) Deficiências no isolamento térmico, que levam a inevitáveis perdas de calor já que o isolamento cerâmico utilizado possui propriedades térmicas não-nulas e finitas; ii) Incerteza quanto a localização exata do termopar, o que afeta a elaboração da malha, já que sua geração e refinamento são pontos de extrema relevância para a confiabilidade da simulação.

Mesmo com essa limitação, está comprovado que o modelo térmico 3D utilizado neste estudo fornece dados de temperatura que são muito mais sensíveis a k do que um modelo 1D com a mesma espessura. Esta condição leva a estimativas pontuais menos ruidosas, uma vez que a estimação de k é fortemente afetada por incertezas de medição e dados de entrada. Esta é uma questão importante, pois sabe-se que materiais mais condutores têm uma deficiência de sensibilidade em relação a condutividade, uma vez que este parâmetro responde à intensidade do fluxo de calor, e limitações experimentais são inerentes a qualquer configuração experimental, principalmente àquelas de baixo custo. Portanto, a estimativa simultânea de propriedades térmicas de metais se beneficia de maior sensibilidade em maiores dimensões espaciais. A seguir serão mostrados os resultados obtidos para as estimações em cada um dos materiais no modelo térmico 1D e também a estimação realizada no aço inoxidável 304 no modelo térmico 3D. A partir de tais resultados, será possível observar os efeitos da sensibilidade na estimação de cada um dos parâmetros.

Pelo método de Levenberg-Marquardt, condutividade térmica e calor específico foram estimados simultaneamente e sequencialmente ao longo de três mil pontos de temperatura. Os dados brutos obtidos são ajustados por meio de uma regressão linear. Também ao longo de cada um desses pontos são determinados os intervalos de confiança para cada parâmetro obtido. Em seguida, os resultados são comparados com curvas para as propriedades disponíveis na literatura. Como destacado anteriormente, o valor do chute inicial tem papel importante na convergência de métodos baseados no cálculo de gradientes. Para garantir resultados confiáveis é recomendado que, para cada iteração, o chute inicial esteja entre metade e uma vez e meia do valor real da propriedade. Portanto, no estudo apresentado, para cada ponto estimado o valor inicial das propriedades foi o mesmo, correspondente ao valor dos parâmetros de cada material em temperatura ambiente. Além disso, para melhor comparação entre os resultados obtidos para os diferentes materiais, em todas as estimações são utilizados 50 tempos futuros.

Dessa forma, iniciando pelo modelo térmico de maior sensibilidade, são apresentados os resultados da estimação das propriedades térmicas do aço inoxidável 304 utilizando o modelo 3D. Na Figura 5.5 são mostrados os valores obtidos para a condutividade térmica do material, seus intervalos de confiança e a comparação com a literatura. Em seguida, na Figura 5.6 são apresentados, de forma semelhante, os resultados obtidos para o calor específico, assim como seus intervalos de confiança e a comparação com a literatura.

Pode-se observar de forma clara que os resultados estimados para a condutividade térmica são um pouco mais ruidosos. Como já discutido, isso se deve ao fato de que a sensibilidade para esse parâmetro é menor do que para o calor específico. Para o presente método de caracterização térmica, essa condição indica que a estimativa da condutividade térmica é mais suscetível a erros de medição quando comparada ao calor específico. Apesar disso, para ambas as propriedades termofísicas, observa-se uma boa concordância e um leve deslocamento entre as curvas estimadas e os valores de Valencia e Quested (2008). Além disso,



respectivamente, para mais ou para menos.

Figura 5. 5 - Condutividade térmica em função da temperatura para o aço inoxidável 304 3D. Comparação da curva estimada com a apresentada por Valencia e Quested (2008).



Figura 5. 6 – Calor específico em função da temperatura para o aço inoxidável 304 3D. Comparação da curva estimada com a apresentada por Valencia e Quested (2008).

A qualidade da regressão linear também é avaliada, analisando alguns parâmetros de ajuste. R-quadrado é o coeficiente de determinação, que expressa a força da relação entre dois elementos. Em outras palavras, este parâmetro representa quão bem os valores dos dados brutos correspondem ao ajuste linear. Um valor próximo de 1 corresponde a um ajuste linear direto. A raiz quadrada do erro médio (*Root Mean Square Error* - RMSE) é o desvio padrão para os resíduos e o erro padrão da regressão (*Standard Error of the Regression* - SER) é a distância média entre os valores observados e a linha ajustada. Essas duas medidas de ajuste têm a unidade da variável de resposta. Ambos RMSE e SER avaliam a precisão e a previsão do ajuste, denotando a dispersão dos dados brutos. Valores baixos implicam que um pequeno ruído é notado na curva ajustada, ou seja, que as observações são agrupadas em torno da curva de regressão (TAYLOR, 1997). A Tabela 5.1 mostra os parâmetros de ajuste das regressões lineares para k e c_p do aço inoxidável 304 3D.

Tabela 5. 1 – Parâmetros de ajuste da regressão linear para o aço inoxidável 304 3D.

Propriedade Térmica	R-quadrado	RMSE	SER
Condutividade térmica	0,988 [-]	0,0052 [W m ⁻¹ K ⁻¹]	0,0082 [W m ⁻¹ K ⁻¹]
Calor específico	0,999 [-]	0,0009 [J kg ⁻¹ K ⁻¹]	0,0012 [J kg ⁻¹ K ⁻¹]

Além disso, na Figura 5.7 é mostrada a comparação entre as temperaturas experimentais e numéricas calculadas a partir das propriedades térmicas obtidas no processo de estimação. Idealmente, é desejável que as diferenças entre a temperatura medida e a temperatura calculada correspondente sejam próximas de zero, o que em alguns casos pode ser impraticável. Qualquer objeto, mais quente que o ambiente, perde naturalmente uma parte de sua energia térmica. Como o isolamento de fibra cerâmica possui propriedades térmicas não nulas e finitas, algumas perdas de calor são inevitáveis, causando variações no fluxo de calor. Isso significa que a carga de fluxo de calor real é variável no tempo, em vez de constante. Como resultado, a modelagem matemática do problema físico é, de certa forma, imperfeita.

Pode-se observar que as histórias de temperatura preditas pelo modelo e as temperaturas medidas experimentalmente combinam bem para os modelos térmicos. O maior resíduo para a formulação foi inferior a 0,5 °C, em valores absolutos. Tal diferença é aceitável porque representa menos de 0,5% da variação máxima de temperatura, em sentido relativo. Esta condição pode ser considerada aceitável especialmente porque se trata de uma configuração experimental de baixo custo em um estado transiente. Assim, as pequenas magnitudes dos

resíduos mostram que as curvas estimadas são precisas, além de indicar que a perda de calor não modelada e as inconsistências envolvidas na formulação são mínimas.



Figura 5. 7 – Comparação entre as temperaturas experimentais (*Y*) e numéricas (*T*) obtidas para o aço inoxidável 304 tridimensional.

Em seguida, serão avaliadas as estimações realizadas pelo modelo térmico unidimensional. Em ordem decrescente de sensibilidade relativa à condutividade térmica, serão apresentados os resultados para os aços inoxidáveis 316 e 304, aço carbono 1045 e, por fim, metal duro WC10Co.

Nas Figuras 5.8 e 5.9 são apresentados os pontos estimados para condutividade térmica e calor específico, respectivamente, da amostra unidimensional de aço inoxidável 316, bem como seus ajustes lineares, intervalos de confiança e a comparação dos resultados com a literatura.

Mais uma vez é claramente observado que os resultados obtidos para k são mais ruidosos do que aqueles obtidos para c_p . É também perceptível que, agora, os ruídos são ainda mais pronunciados do que aqueles obtidos no modelo térmico 3D. Esse padrão deve ser observado também nos próximos resultados, visto que quando menor a sensibilidade com relação a condutividade térmica maior é a instabilidade dos resultados.



Figura 5. 8 - Condutividade térmica em função da temperatura para o aço inoxidável 316 1D. Comparação da curva estimada com a apresentada por Valencia e Quested (2008).



Figura 5. 9 – Calor específico em função da temperatura para o aço inoxidável 316 1D. Comparação da curva estimada com a apresentada por Valencia e Quested (2008).

Para o calor específico não é observada mudança significativa de comportamento, já que para ambos os modelos o parâmetro apresenta boa sensibilidade. Além disso, apesar do maior nível de ruído, as duas propriedades concordam com os valores apresentados por Valencia e Quested (2008). Nesse caso, os intervalos de confiança para c_p se mantém entre 0,5% do valor estimada, enquanto para k a variação é próxima de 3%, para mais ou para menos.

Também, na Tabela 5.2 são apresentados os parâmetros de ajuste das regressões lineares para condutividade térmica e calor específico.

Tabela 5. 2 - Parâmetros de ajuste da regressão linear para o aço inoxidável 316 1D.Propriedade TérmicaR-quadradoRMSESERCondutividade térmica0,917 [-]0,0393 [W m⁻¹ K⁻¹]0,0589 [W m⁻¹ K⁻¹]

0,999 [-]

Calor específico

0,0002 [J kg⁻¹ K⁻¹]

0,0010 [J kg⁻¹ K⁻¹]

Da tabela é possível observar que apesar de mantida a tendência linear de variação das
propriedades com a temperatura, há uma dispersão maior dos dados para a condutividade
térmica em relação ao modelo 3D para o aço inoxidável 304, como esperado. Mais uma vez,
tal dispersão é devida à baixa sensibilidade do parâmetro. Em seguida, são mostradas na Figura
5.10 as curvas de temperatura experimental e numérica calculada utilizando os parâmetros
obtidos na estimação.



Figura 5. 10 - Comparação entre as temperaturas experimentais (*Y*) e numéricas (*T*) obtidas para o aço inoxidável 316 unidimensional
De forma semelhante ao modelo interior, perdas de calor são inerentes ao procedimento experimental, de forma que diferenças entre o modelo numérico e experimental são esperadas. Para o material em questão, o resíduo máximo apresentado é de cerca de 0,6 °C, em valores absolutos. Tal resíduo também representa menos do que 0,5% da temperatura máxima atingida no experimento. Isso confirma que também no modelo térmico unidimensional as inconsistências envolvidas na formulação do problema são mínimas.

Agora são mostrados os resultados para a condutividade térmica e o calor específico novamente no aço inoxidável 304, mas desta vez no modelo térmico unidimensional. Os valores para as propriedades do aço 304 são pouco superiores às do aço 316, dessa forma, são esperados resultados parecidos quanto ao nível de ruído apresentado nos resultados para o mesmo modelo térmico. Na Figura 5.11 são mostrados os dados estimados para a condutividade térmica, seu ajuste linear, intervalos de confiança e comparação com a literatura.



Figura 5. 11 - Condutividade térmica em função da temperatura para o aço inoxidável 304 1D. Comparação da curva estimada com a apresentada por Valencia e Quested (2008).

De forma semelhante, o mesmo é apresentado na Figura 5.12, mas para o calor específico do material.



Figura 5. 12 – Calor específico em função da temperatura para o aço inoxidável 304 1D. Comparação da curva estimada com a apresentada por Valencia e Quested (2008).

Como esperado, é mantido o comportamento já observado anteriormente. Devido à queda na sensibilidade os resultados obtidos para k são mais ruidosos do que aqueles obtidos para c_p e ainda mais ruidosos do que aqueles obtidos para o mesmo material no modelo tridimensional. Cabe ressaltar, que apesar do maior nível de ruído, o ajuste linear dos resultados fornece curvas idênticas para os modelos unidimensional e tridimensional no aço inoxidável 304. Dessa forma, também no presente modelo, os resultados tem boa concordância com aqueles observados por Valencia e Quested (2008). Os intervalos de confiança para c_p se mantém inalterados, com variação de cerca de mais ou menos 0,5% do valor estimado. Para a condutividade térmica essa variação é de cerca de mais ou menos 3% do valor da propriedade.

Em seguida, na Tabela 5.3, os parâmetros da curva de ajuste são mostrados para cada um dos parâmetros estimados.

Tabela 5.3 - Parâmetros de ajuste da regressão linear para o aço inoxidável 304 1D.

Propriedade Térmica	R-quadrado	RMSE	SER
Condutividade térmica	0,897 [-]	0,0534 [W m ⁻¹ K ⁻¹]	0,0645 [W m ⁻¹ K ⁻¹]
Calor específico	0,999 [-]	0,0002 [J kg ⁻¹ K ⁻¹]	0,0011 [J kg ⁻¹ K ⁻¹]

Dada a proximidade de suas propriedades térmicas, os níveis de dispersão obtidos para o aço inoxidável 304 se comparam àqueles mostrados para o aço inoxidável 316 utilizando o mesmo modelo térmico. Já quando comparados ao mesmo material no modelo térmico 3D, os níveis de dispersão e ruído são maiores, como esperado.

A seguir, na Figura 5.13, são comparados os dados experimentais e numéricos de temperatura, calculados a partir das propriedades obtidas na estimação. Mais uma vez, o resíduo máximo apresentado pelo modelo é inferior a 0,5% da temperatura máxima atingida no experimento confirmando novamente a boa qualidade da formulação e dos parâmetros estimados.



Figura 5. 13 - Comparação entre as temperaturas experimentais (*Y*) e numéricas (*T*) obtidas para o aço inoxidável 304 unidimensional

Partindo agora para materiais com condutividades térmicas ainda maiores, são apresentados os resultados referentes ao aço carbono 1045. O material tem k aproximadamente três vezes maior do que os aços inoxidáveis e coeficiente de sensibilidade relativo ao parâmetro proporcionalmente menor. Nas Figuras 5.14 e 5.15 são apresentados os pontos estimados, os ajustes lineares, seus intervalos de confiança e a comparação com a literatura da condutividade térmica e do calor específico, respectivamente.



Figura 5. 14 - Condutividade térmica em função da temperatura para o aço carbono 1045 1D. Comparação da curva estimada com a apresentada por Grzesik e Nieslony (2004).



Figura 5. 15 – Calor específico em função da temperatura para o aço carbono 1045 1D. Comparação da curva estimada com a apresentada por Grzesik e Nieslony (2004).

Mais uma vez os resultados conferem com o esperado. Dada sua baixa sensibilidade com relação à condutividade térmica, os resultados para esta propriedade térmica são ainda mais ruidosos do que os obtidos anteriormente para os aços inoxidáveis. Novamente, as estimações para o calor específico permanecem inalteradas e são pouco afetados pelas incertezas de medição. Além disso, é apresentada boa concordância em comparação com as observações de Grzesik e Nieslony (2004) para os dois parâmetros. Agora, o intervalo de confiança para condutividade térmica é ampliado para 6% do valor estimado, enquanto o intervalo de 0,5% é mantido para o calor específico. Na Tabela 5.4, para cada propriedade estimada são mostrados os parâmetros de ajuste das curvas. A partir dela verifica-se o mesmo padrão observado anteriormente, com a queda da sensibilidade há um aumento no ruído dos dados e, portanto, de sua dispersão. Ainda assim é verificada a forte correlação linear das propriedades térmicas com a temperatura.

Tabela 5. 4 - Parâmetros de ajuste da regressão linear para o aço carbono 1045 1D

Propriedade Térmica	R-quadrado	RMSE	SER
Condutividade térmica	0,879 [-]	0,0863 [W m ⁻¹ K ⁻¹]	0,0967 [W m ⁻¹ K ⁻¹]
Calor específico	0,999 [-]	0,0002 [J kg ⁻¹ K ⁻¹]	0,0009 [J kg ⁻¹ K ⁻¹]

Avaliando, então, a distribuição de temperaturas experimentais e numéricas calculadas a partir das estimações mostrada na Figura 5.16, são verificados dois fatos. Como mostrado na Figura 5.16, os resíduos apresentados entre as temperaturas são maiores do que para os outros materiais analisados, com valor absoluto máximo de 1,2 °C, entretanto, dada sua maior condutividade térmica, para o mesmo fluxo de calor e mesmo tempo de experimento, o material atinge maiores temperaturas, chegando a 180 °C. Dessa forma, o resíduo apresentado ainda representa menos do que 0,5% da temperatura máxima atingida. Trata-se, portanto, de um desvio aceitável, confirmando assim a qualidade dos dados.

Por fim, são apresentados os resultados para o metal duro WC10Co. Com condutividade térmica próxima a do aço 1045, o material apresenta a menor sensibilidade com relação à k dentre os materiais aqui estudados. A seguir, na Figura 5.17 são mostrados os pontos estimados para a condutividade térmica, bem como seu ajuste linear, intervalos de confiança e comparação com a literatura.



Figura 5. 16 - Comparação entre as temperaturas experimentais (*Y*) e numéricas (*T*) obtidas para o aço carbono 1045 unidimensional.



Figura 5. 17 - Condutividade térmica em função da temperatura para o metal duro WC10Co 1D. Comparação da curva estimada com a apresentada por Kryzhanivskyy *et al.* (2017).

Em seguida, na Figura 5.18, o mesmo é apresentado para o calor específico. São mostrados seus pontos estimados, o ajuste linear da curva, seus intervalos de confiança e mais uma vez a comparação com os autores Kryzhanivskyy *et al.* (2017).



Figura 5. 18 – Calor específico em função da temperatura para o metal duro WC10Co 1D. Comparação da curva estimada com a apresentada por Kryzhanivskyy et al. (2017).

Para o material são observados grandes ruídos na estimação da condutividade térmica. Mais uma vez, trata-se de um resultado esperado dada a baixa sensibilidade do material com relação ao parâmetro. Apesar disso, os resultados obtidos apresentam fortes semelhanças com as curvas do trabalho de Kryzhanivskyy *et al.* (2017) tanto para a condutividade térmica, como para o calor específico. Também, semelhantes aos valores encontrados para o aço 1045, os resultados obtidos para o metal duro estão dentro de uma faixa de variação de 0,5% e 6% de seu valor para c_p e k, respectivamente.

Da Tabela 5.5, por meio dos parâmetros de ajuste linear das curvas, verifica-se a maior dispersão dos dados estimados para *k* provocada também pela baixa sensibilidade.

Propriedade Térmica	R-quadrado	RMSE	SER
Condutividade térmica	0,837 [-]	0,1245 [W m ⁻¹ K ⁻¹]	0,1569 [W m ⁻¹ K ⁻¹]
Calor específico	0,999 [-]	0,0002 [J kg ⁻¹ K ⁻¹]	0,0005 [J kg ⁻¹ K ⁻¹]

Tabela 5.5 - Parâmetros de ajuste da regressão linear para o metal dura WC10Co 1D

Finalmente, a partir das curvas estimadas é obtido o campo de temperaturas numéricas, mostrado na Figura 5.19 em comparação com o campo experimental medido. Mais uma vez, a temperatura máxima atingida é de cerca de 180 °C, enquanto o resíduo máximo calculado é de 1 °C, novamente inferior a 0,5% da temperatura atingida no experimento.



Figura 5. 19 - Comparação entre as temperaturas experimentais (*Y*) e numéricas (*T*) obtidas para o metal duro WC10Co unidimensional.

As equações das propriedades térmicas de cada um dos materiais estudados, bem como sua faixa de validade são expostos na Tabela 5.6.

Matarial	Equações das pro	Equações das propriedades térmicas			
Material	$k (W m^{-1} K^{-1})$	$c_p ({ m J kg^{-1} K^{-1}})$	vandade		
Aço 304	$13,5 + 0,018 \times T$	$498,2 + 0,168 \times T$	de 20 °C até 150°C		
Aço 316	$11,3 + 0,019 \times T$	$465,1+0,120 \times T$	de 20 °C até 150°C		
Aço 1045	$52,3-0,053 \times T$	$389,9 + 0,500 \times T$	de 20 °C até 180°C		
WC10Co	$52,8-0,013 \times T$	$250,8 + 0,110 \times T$	de 20 °C até 180°C		

Tabela 5. 6 - Propriedades térmicas em função linear da temperatura para diferentes materiais metálicos.

Em resumo, foram estimadas as propriedades térmicas de quatro materiais metálicos variando com a temperatura e pôde ser verificada no processo de estimação a influência da condutividade térmica e, em consequência, dos coeficientes de sensibilidade na estabilidade e confiabilidade dos resultados. Para a configuração experimental utilizada, ficou demonstrado que maiores sensibilidades são responsáveis por intervalos de confiança mais estreitos e também por uma menor dispersão de dados.

Cada curva estimada foi comparada com valores disponíveis na literatura. É evidente que nenhuma delas corresponde perfeitamente aos estudos existentes. Isso se deve ao fato de que cada material pode estar sujeito à pequenas diferenças em sua composição química e/ou microestrutural. Tal fato acentua a necessidade de métodos para a medição de propriedades térmicas de forma rápida e eficiente, tornando viável o teste de diferentes materiais. Apesar de não ser alvo de estudo no presente trabalho, autores como Aksöz, Özturk e Marasli (2013) avaliam a influência da composição química de ligas metálicas no valor de suas propriedades térmicas e Wilzer *et al.* (2014) estudam a relação entre a microestrutura do aço 1045 e seus valores de condutividade térmica e calor específico. Destaca-se também que, nos trabalhos utilizados para comparação com os resultados obtidos, as propriedades térmicas são obtidas pelo método Flash, que fornece difusividade térmica, e pela DSC, que fornece o calor específico de cada material. Dessa forma, a partir das duas medições, a condutividade térmica é calculada.

Além disso, foi feita a comparação, em cada um dos materiais e modelos térmicos, das temperaturas experimentais e das temperaturas numéricas calculadas a partir das propriedades obtidas no processo de estimação. Tal comparação visa comprovar que o objetivo de minimização da diferença entre essas temperaturas é cumprido com sucesso, mostrando a efetividade da técnica de estimação utilizada em buscar o mínimo da função em cada um dos três mil pontos.

Por fim, além das análises acima citadas, os resultados são validados por meio da avaliação da condição de contorno na superfície superior de cada amostra, ou seja, x = 0 para o modelo unidimensional e z = 0, para x e y pertencentes à região R_1 para o modelo tridimensional. Aqui, o histórico de temperatura medido experimentalmente e as curvas de propriedades termofísicas estimadas são usadas para estimar e recuperar o fluxo de calor imposto à cada material. 15 tempos futuros foram usados em todos eles na abordagem do Método da Função Especificada Não-Linear. A comparação entre os fluxos de calor exato e recuperados é mostrada na Figura 5.20.

O fluxo de calor entregue pela fonte de alimentação ao aquecedor é calculado como 20 kW m⁻², contudo, no cálculo das temperaturas numéricas e no processo de estimação das

propriedades foi considerado o efeito da resistência de contato como um redutor no fluxo de calor entregue a cada material, abordando um estudo de caso mais realista. Dessa forma, utilizando as propriedades obtidas no processo de estimação, podem ser estimados os fluxos de calor realmente entregues às amostras que, como esperado, são inferiores ao fluxo exato fornecido pela fonte.



Figura 5. 20 – Comparação entre os fluxos de calor exato e recuperados para todos os materiais e modelos térmicos testados.

Mais uma vez, destaca-se nos resultados a influência da condutividade térmica do material no processo de estimação experimental. Materiais com maiores valores de k apresentam valores de condutância térmica de contato menores, ou seja, resistências de contato maiores. Dessa forma, quanto maior a condutividade térmica, mais calor é perdido por conta da resistência e menos fluxo é entregue à amostra, como verificado na Figura 5.20. Em ordem crescente de condutividade térmica, para os aços inoxidáveis 316 e 304, aço carbono 1045 e metal duro WC10Co, os fluxos entregues correspondem a cerca de 98, 96, 92 e 90% do fluxo exato, respectivamente.

Além disso, cabe ressaltar mais uma vantagem do modelo térmico tridimensional. Como observado na Figura 5.20, o fluxo estimado pelo modelo 3D atinge rapidamente seu valor permanente, enquanto nas estimações do modelo 1D é observado um crescimento um pouco

mais lento até que se atinja um valor aproximadamente constante. Isso é explicado pela inércia térmica do aquecedor, que após ser acionado leva alguns instantes para iniciar a entrega do fluxo de calor. Observa-se, entretanto, que o atraso na entrega do fluxo afeta em maior parte os experimentos unidimensionais, visto que a resposta térmica ao fluxo de calor se dá de forma mais rápida no modelo 3D do que no 1D. Tal fator também é devido ao posicionamento dos termopares para a medição de temperatura, visto que em posições mais distantes da fonte de calor tal resposta poderia ser ainda lenta. Mais uma vez, esta resposta pode ser traduzida pelos coeficientes de sensibilidade. Quanto maiores os coeficientes com relação ao fluxo, maior proximidade quanto ao formato é verificada entre o resultado e o calor fornecido pela fonte. Verifica-se então que, além de uma maior sensibilidade com relação à condutividade térmica, o modelo 3D fornece também maior sensibilidade com relação ao fluxo de calor.

6. ANÁLISE DE ERROS

A robustez de um procedimento de estimação também depende dos erros relacionados aos procedimentos experimentais e numéricos realizados na identificação das grandezas desejadas. Assim, a presente análise visa considerar a incontornável e intrínseca variabilidade nas respostas obtidas desses procedimentos.

Qualquer método de estimativa deve avaliar as incertezas nos resultados, visto que quando duas ou mais quantidades primárias (calculadas ou medidas) são combinadas aritmeticamente para obter um resultado, as incertezas de cada quantidade também são propagadas. Em um processo de estimação é possível identificar quais fatores mais contribuem para afetar a precisão das estimativas e, então, tentar reduzir seus impactos. Apesar de estar ciente de alguns cuidados necessários na condução de procedimentos numéricos e experimentais, os erros são inerentes e a variabilidade sempre estará presente entre as respostas.

A confiabilidade de uma abordagem é dada por meio de uma análise de incerteza considerando as incertezas relacionadas aos procedimentos desenvolvidos. Primeiro, é preciso conhecer os procedimentos experimentais e numéricos que controlam a precisão da estimação. No caso, a incerteza total (I_{total}) depende de erros não correlacionados referentes à temperatura medida e à temperatura numérica.

Em Taylor (1997), a incerteza associada a um resultado pode ser determinada com base na raiz quadrada da soma dos quadrados dos erros derivados das grandezas primárias. Essa formulação, que é válida para erros pequenos e independentes, tem termos concebidos como incertezas relativas. Para avaliá-los, algumas grandezas são consideradas como incertezas individuais: a resolução dos instrumentos de medição, a tolerância dos procedimentos numéricos e a máxima temperatura residual. A incerteza relativa para cada fonte de erro é obtida dividindo-se a respectiva incerteza individual pelo valor máximo da quantidade analisada. Também, para as incertezas relacionadas à temperatura, os valores são divididos pela temperatura máxima medida. Na Tabela 6.1 são mostradas as fontes de erro de cada procedimento, bem como as incertezas individuais associadas.

Em seguida, para cada um dos experimentos realizados são especificadas individualmente as medidas tomadas para cada material, como mostrado na Tabela 6.2, dessa forma, é possível avaliar as incertezas de cada um dos processos.

Fonte de erro	Incerteza individual	Valor
Iresistência elétrica	Resolução do multímetro	0,1 [Ω]
I corrente elétrica	Resolução do multímetro	0,01 [A]
Irugosidade	Resolução do medidor de rugosidade	0,01 [µm]
Ipeso	Resolução da balança	0,01 [g]
I _{dimensão}	Resolução do paquímetro	0,05 [mm]
I _{dureza}	Resolução do durômetro	0,5 [HB] 0,5 [HRC]
Ipardiso	Tolerância do PARDISO	10 ⁻⁸ [°C]
I_{BDF}	Tolerância do BDF	0,01 [°C]
$I_{calibra archi a}$ o do termopar	Resolução do sensor PT-100	0,01 [°C]
Ileitura da temperatura	Compensação da conversão de sinal	0,1 [°C]
$I_{aquisição}$ de dados	Resolução do sistema de aquisição	0,01 [°C]
I isolamento térmico	Resíduo máximo de temperatura	0,4 à 1,2 [°C]*

Tabela 6. 1 – Especificação dos valores e das origens das incertezas individuais do processo de estimação.

* O resíduo máximo observado varia de acordo com o experimento.

Fonte de erro		Unidada				
	304 3D	304 1D	316 1D	1045 1D	WC10Co 1D	Unitade
Resistência elétrica	333,6	333,6	333,6	333,6	333,6	[Ω]
Corrente elétrica	0,39	0,39	0,39	0,39	0,39	[A]
Rugosidade	0,21	0,18	0,19	0,18	0,24	[µm]
Peso	481	200	199	195	362	[g]
Dimensão	99,8	50	50,1	50,1	49,9	[mm]
Dureza	126	128	123	189	59*	[HB]
Temperatura	145	151	156	180	175	[°C]

Tabela 6. 2 – Especificação dos valores máximos medidos por cada instrumento em cada experimento realizado.

* Valor medido em HRC.

Por fim, na Tabela 6.3, são mostradas as incertezas relativas resultantes de cada um dos processos e a incerteza total de cada um dos experimentos realizados, calculada pela raiz quadrada da soma das incertezas ao quadrado.

Incertezas relativas	304 3D	304 1D	316 1D	1045 1D	WC10Co 1D
Iresistência elétrica	0,00030	0,00030	0,00030	0,00030	0,00030
I corrente elétrica	0,02564	0,02564	0,02564	0,02564	0,02564
Irugosidade	0,04762	0,05556	0,05263	0,05556	0,04167
Ipeso	0,00002	0,00005	0,00005	0,00005	0,00028
I dimensão	0,00050	0,00100	0,00100	0,00100	0,00100
Idureza	0,00397	0,00391	0,00407	0,00265	0,02542
Ipardiso	6,90.10- ¹¹	6,62 .10- ¹¹	6,41.10- ¹¹	5,56.10- ¹¹	5,71.10-11
I_{BDF}	0,00007	0,00007	0,00006	0,00006	0,00006
$I_{calibração}$ termopar	0,00007	0,00007	0,00006	0,00006	0,00006
Ileitura da temperatura	0,00069	0,00066	0,00064	0,00056	0,00057
$I_{aquisição}$ de dados	0,00007	0,00007	0,00006	0,00006	0,00006
I isolamento térmico	0,00276	0,00331	0,00256	0,00667	0,00571
I total	5,43%	6,14%	5,88%	6,16%	5,54%

Tabela 6. 3 – Incertezas relativas resultantes e incerteza total para cada processo de estimação feito.

Verifica-se que a maior contribuição para o erro resultante vem da medição das rugosidades superficiais das amostras. Valores superiores de rugosidade diminuiriam o erro relativo encontrado, contudo, afetariam diretamente o processo de estimação, já que maiores rugosidades superficiais aumentam a resistência de contato entre o aquecedor e a amostra. Além disso, a incerteza é inerente ao instrumento de medição e ainda assim, ao final, verifica-se que a incerteza total envolvida no processo de estimação permanece em torno 6%, valor que confirma mais uma vez a qualidade da estimação dos parâmetros.

7. CONCLUSÕES

7.1 Conclusões Gerais

No trabalho desenvolvido foi apresentado o estudo experimental de uma técnica transiente para a estimação simultânea da condutividade térmica e do calor específico em amostras metálicas como funções da temperatura em uma faixa de 20 °C até mais de 150 °C. Por meio de uma montagem experimental simples e de relativo baixo custo foram realizados experimentos à temperatura ambiente em cinco amostras de material. Dados de temperatura foram obtidos por meio de um único termopar e as propriedades térmicas de cada um dos materiais foram estimadas com o auxílio de técnicas de problemas inversos, pelo Método de Levenberg-Marquardt. No trabalho foram utilizados dois modelos térmicos, 1D e 3D, e avaliadas as vantagens de sua utilização no processo de estimação. Um estudo detalhado de sensibilidade permitiu determinar as condições experimentais ótimas para que informações sensíveis de temperatura pudessem ser obtidas por um único termopar. Além disso, foi possível verificar a forte influência da sensibilidade no processo de estimação das propriedades térmicas. Por fim, ao utilizar os dados estimados na recuperação do fluxo de calor entregue para cada material, verificou-se também a ação da resistência de contato nas perdas de calor do experimento.

Ao todo foram investigados quatro materiais, os aços inoxidáveis 304 e 316, o aço carbono 1045 e o metal duro WC10Co. Todos eles foram testados em experimentos unidimensionais e o primeiro também no modelo tridimensional. Em primeiro lugar observouse que existe uma relação direta entre a condutividade térmica e os coeficientes de sensibilidade no modelo unidimensional. Quanto maior a condutividade térmica, menor é a sensibilidade com relação ao parâmetro. O mesmo não é verificado para o calor específico, que não apresentou variações nos coeficientes independente do material. Além disso, ao comparar os modelos térmicos 1D e 3D para o aço inoxidável 304, a utilização do modelo 3D propicia um ganho significativo de sensibilidade relativa à k. Também é verificada uma leve diminuição no coeficiente com relação à c_p .

Os efeitos da variação da sensibilidade são claramente observados nos resultados obtidos. Em todos os materiais e modelos estudados, os coeficientes de sensibilidade para c_p são superiores à k e de ordem de grandeza próxima, dessa forma, em todas as estimações para

o parâmetro os intervalos de confiança obtidos foram de cerca de 0,5% do valor estimado. Além disso, c_p apresenta forte dependência linear com a temperatura e baixos níveis de dispersão. Já para a condutividade térmica foi verificado que intervalos de confiança mais estreitos e níveis de dispersão mais baixos são obtidos para menores valores de k – e maiores sensibilidades. Em ordem crescente de condutividade térmica, para o modelo unidimensional foram obtidos intervalos de confiança de 3% do valor estimado para os aços inoxidáveis e 6% para o aço carbono 1045 e o metal duro WC10Co. Contudo, quando alterado o modelo térmico para 3D, a estimação da condutividade térmica para o aço inoxidável 304 foi feita com intervalo de confiança de apenas 1% do valor estimado e com menores níveis de dispersão no resultado. Destaca-se aqui a principal vantagem da utilização de um modelo térmico tridimensional na estimação simultânea das propriedades térmicas dependentes da temperatura de materiais metálicos. Entretanto, cabe ressaltar que o modelo possui complexidade superior ao 1D, exigindo cuidados extras no procedimento experimental e também fazendo com que seu custo computacional seja significativamente maior.

Além disso, ao serem utilizadas as propriedades térmicas obtidas no processo de estimação para a recuperação do fluxo de calor aplicado, verificou-se mais uma vez a forte influência da condutividade térmica no processo. Do menor ao maior valor de k estudado verificou-se perda de 2, 4, 8 e 10% do fluxo de calor para os aços inoxidáveis 316 e 304, aço carbono 1045 e metal duro WC10Co, respectivamente. Isso realça a importância da consideração dos efeitos da resistência de contato ao estimar as propriedades, especialmente em materiais com altas condutividades térmicas, uma vez que se utilizado o fluxo de calor exato fornecido pela fonte o procedimento poderia levar a resultados que não correspondessem às reais propriedades.

Por fim, após realizada a análise de erros provenientes dos processos experimental e numérico, verificou-se que a incerteza relativa da estimação resulta em cerca de 6% para os materiais analisados, confirmando mais uma vez a qualidade do procedimento proposto. Com isso, conclui-se que o estudo apresentado possibilita a estimação simultânea de propriedades térmicas de materiais metálicos variando com a temperatura com robustez e confiabilidade, e destaca-se mais uma vez que o estudo de sensibilidades é essencial nesse tipo de processo para que seja avaliado o potencial de cada material e modelo térmico.

7.2 Trabalhos Publicados

Ao longo do desenvolvimento do presente trabalho foram publicados quatro artigos em periódicos internacionais:

- RAMOS, N. P., DE MELO ANTUNES, M., LIMA E SILVA, S. M. M. An experimental and straightforward approach to simultaneously estimate temperature-dependent thermophysical properties of metallic materials. *International Journal of Thermal Sciences*, Vol. 166, pp 106960, 2021.
- RAMOS, N. P., DE MELO ANTUNES, M., GUIMARÃES, G., LIMA E SILVA, S. M. M. Simultaneous Bayesian estimation of the temperature-dependent thermal properties of a metal slab using a three-dimensional transient experimental approach. *International Journal of Thermal Sciences*, Vol. 179, pp 107671, 2022.
- RAMOS, N. P., DE MELO ANTUNES, M., LIMA E SILVA, S. M. M. Complementary transient thermal models and metaheuristics to simultaneously identify linearly temperature-dependent thermal properties of austenitic stainless steels. *Physica Scripta*, Vol. 97, pp. 115006, 2022.
- RAMOS, N. P., DE MELO ANTUNES, M., SILVA, A. A. A. P., LIMA E SILVA, S. M. M. Effects of tempering temperature on temperature-dependent thermal properties of 1045 steel. *Journal of Materials Science*, Vol. 58, pp. 1905– 1924, 2023.

Além disso, foram publicados dois artigos em anais de congressos:

- DE MELO ANTUNES, M., DOURADO DA SILVA, R. G., RAMOS, N. P., LIMA E SILVA, S. M. M. A Nonlinear Inverse Heat Conduction Technique to Estimate Thermal Properties of Metals. *Proceedings of the 18th Brazilian Congress of Thermal Sciences and Engineering* - ENCIT, 2020.
- DE MELO ANTUNES, M., RAMOS, N. P., LIMA E SILVA, S. M. M. A An Experimental Technique for the Simultaneous Estimation of Thermal Properties of Metals as Functions of Temperature. *Proceedings of the 26th International Congress of Mechanical Engineering* COBEM, 2021.

7.3 Trabalhos Futuros

Como proposta de continuidade do presente trabalho é sugerida a busca por configurações experimentais que possibilitem a obtenção de maiores coeficientes de sensibilidade para a condutividade térmica. É visado o estudo de modelos térmicos diferentes dos aqui apresentados, com variações na geometria da amostra, na área de aquecimento e nas demais condições de contorno. Além disso, sabendo que os coeficientes de sensibilidade são proporcionais ao fluxo de calor aplicado, objetiva-se a obtenção de meios para que carga de energia aplicada nos materiais possa ser maior.

Também, buscando o aprimoramento da formulação apresentada, é projetada a modelagem do problema considerando as propriedades térmicas do isolamento utilizado, fazendo que seja possível obter a taxa de calor perdida ao ambiente durante o procedimento experimental. Outra forma para o aperfeiçoamento experimental, vem da correção do fluxo de calor aplicado para que sejam consideradas a inércia térmica do aquecedor, bem como as perdas por convecção na montagem.

Além disso, visando possibilitar uma melhor comparação com os dados da literatura e ampliar os campos da aplicação da técnica, propõe-se a investigação da influência da composição química e da microestrutura dos materiais em suas propriedades térmicas. Dessa forma é possível estabelecer relações entre as pequenas variações encontradas para cada material.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAD, B., BORCA-TASCIUC, D. A., MARTIN-GONZALEZ, M. S. Non-contact methods for thermal properties measurement. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, Vol. 76, pp 1348–1370, 2017.

ABNT NBR 15200-4. Medição da resistência térmica e da condutividade térmica pelo princípio da placa quente protegida, 2005.

AKSÖZ, S., ÖZTÜRK, N., MARASLI, N. The Measurement of Thermal Conductivity variation with Temperature for Solid Materials, *Measurement*, Vol. 46, pp 161-170, 2013.

ALVARENGA, T. R. Interface para a Transferência de Calor entre Trocador de Calor Passivo e Termossifão em Circuito para Aplicações em Aeronaves. *Dissertação de Mestrado*. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Santa Catarina, Santa Catarina, Brasil, 2016.

ASTM International - ASTM E1269-11. Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Differential Scanning Calorimetry, 2011.

BECK, J. V., MISHRA, D., DOLAN, K. Utilization of Generalized Transient Heat Conduction Solutions in Parameter Estimation. *The 9th International Conference on Inverse Problems in Engineering* – ICIPE 2017, Waterloo, Canada, 2007.

BECK, J. V., BLACKWELL, B, CLAIR, C. Inverse Heat Conduction: Ill-Posed Problems. *Wiley Interscience Publication*, New York, USA, 1985.

BERGER, J., ORLANDE, H. R. B., MENDES, N., GUERNOUTI, S. Bayesian inference for estimating thermal properties of a historic building wall. *Building and Environment*, Vol. 106, pp 327–339, 2016.

BLACKWELL, J.H. A transient flow method for determination of thermal constants for insulating materials in bulk. *Journal of Applied Physics*, Vol. 25, pp 137-144, 1954.

CAROLLO, L.F.S., LIMA E SILVA, A.L.F., LIMA E SILVA, S.M.M. Applying different heat flux intensities to simultaneously estimate the thermal properties of metallic materials. *Measurement Science and Technology*, Vol. 23, pp 065601, 2012.

CAROLLO, L.F.S., LIMA E SILVA, A.L.F., LIMA E SILVA, S.M.M. A different approach to estimate temperature-dependent thermal properties of metallic materials. *Materials*, Vol. 12, pp 2579-2594, 2019.

CUI, M., ZHU, Q., GAO, X. A Modified Conjugate Gradient Method for Transient Nonlinear Inverse Heat Conduction Problems: A Case Study for Identifying Temperature-Dependent Thermal Conductivities. *Journal of Heat Transfer*, Vol. 136, pp 091301, 2014.

CZÉL, B., WOODBURY, K.A. E GROF, G. Simultaneous estimation of temperaturedependent volumetric heat capacity and thermal conductivity functions via neural networks. *International Journal of Heat and Mass Transfer*. Vol. 68, pp 1-13, 2014.

D'ALESSANDRO, G., DE MONTE, F., AMOS, DONALD. Effect of Heat Source and Imperfect Contact on Simultaneous Estimation of Thermal Properties of High-Conductivity Materials, *Mathematical Problems in Engineering*, Vol. 2019, pp 1-15, 2019.

D'ALESSANDRO, G., DE MONTE, F., GASPARIN, J. BERGER, S. Comparison of uniform and piecewise-uniform heatings when estimating thermal properties of high-conductivity materials, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 202, pp 123666, 2023.

DOWDING, K.J., BECK J., ULBRICH, A., BLACKWELL, B., HAYES J. Estimation of thermal properties and surface heat flux in carbon-carbon composite. *Journal of Thermophysics and Heat Transfer*, Vol. 9, pp 345-351, 1995.

DOWDING, K. J., BLACKWELL, B. F. Sensitivity analysis for nonlinear heat conduction, *J. Heat Tran.*, Vol. 123, pp 1–10, 2001.

FERREIRA-OLIVEIRA, J. R., LUCENA, L. R. R., REIS, R. P. B., ARAÚJO, C. J., BEZERRA-FILHO, C. R., ARENCIBIA, R. V. Uncertainty Quantification Through use of the Monte Carlo Method in a One-Dimensional Heat Conduction Experiment. *International Journal of Thermophysics*, Vol. 41, n. 10, p. 1-19, 2020.

GRZESIK, W., NIESLONY, P. Prediction of friction and heat flow in machining incorporating thermophysical properties of the coating – chip interface, *Wear*, Vol. 256, pp 108–117, 2004.

GNANASEKARAN, N., BALAJI, C. An Inexpensive Technique to Simultaneously Determine Total Emissivity and Natural Convection Heat Transfer Coefficient from Transient Experiments. *Experimental Heat Transfer*, Vol. 23, pp 235–258, 2010.

HUANG, C. H., WANG, S. P. A three-dimensional inverse heat conduction problem in estimating surface heat flux by conjugate gradient method. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 42, pp 3387-3403, 1999.

JANNOT, Y., DEGIOVANNI, A., PAYET, G. Thermal conductivity measurement of insulating materials with a three layers device. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 52, pp 1105–1111, 2009.

JANNOT, Y., FELIX, V., DEGIOVANNI, A. A centered hot plate method for measurement of thermal properties of thin insulating materials. *Measurement Science and Technology*, Vol. 21, pp 035106, 2010.

JANNOT, Y., MEULEMANS, J., SCHICK, V., CAPP, M., BARGAIN, I. A Comparative Fluxmetric (CFM) Method for Apparent Thermal Conductivity Measurement of Insulating Materials at High Temperature. *International Journal of Thermophysics*, Vol. 41, 2020.

JANNOT, Y., BAL, H. M., MOYNE, C. Influence of mass transfer on the estimation of the thermal conductivity of a wet material by the hot wire and parallel hot wire methods, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 202, pp 123732, 2023.

KRYZHANIVSKYY, V., BUSHLYA, V., GUTNICHENKO, O., M'SAOUBI, R., STÅHL, J.E. Influence of tool material and tool wear on tool temperature in hard turning reconstructed via inverse problem solution, *J. Superhard Mater*, Vol. 39, pp 192–202, 2017.

MALHEIROS, F., FIGUEIREDO, A., IGNACIO, L. FERNANDES, H. Estimation of thermal properties using only one surface by means of infrared thermography. *Applied Thermal Engineering*, Vol. 157, 2019.

MARTÍNEZ, D. S., ILLÁN, F., SOLANO, J. P., VIEDMA, A. Embedded thermocouple wall temperature measurement technique for scraped surface heat exchangers, *Appl. Therm. Eng.*, Vol. 114, pp 793–801, 2017.

MARTÍNEZ, A., CARMONA, M., CORTÉS, C., ARAUZO, I. Characterization of Thermophysical Properties of Phase Change Materials Using Unconventional Experimental Technologies. *Energies*, Vol. 13, pp 4687, 2020.

MCMASTERS, R. L., DE MONTE, F., BECK, J. V. Estimating Two Heat-Conduction Parameters from Two Complementary Transient Experiments, *J. Heat Transfer*, Vol. 140, 2017.

MERRITT, B., SENECA, M., LARSON, S., DAVIS, K., MUNRO, T. Measurements of the thermal conductivity of reference liquids using a modified transient hot-wire needle probe, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 189, pp 122674, 2022.

MOHAMED, I.O. Simultaneous estimation of thermal conductivity and volumetric heat capacity for solids foods using parameter estimation technique. *Food Research International*, Vol. 42, pp 231-236, 2008.

OZISIK, M.N., ORLANDE, H.R.B. Inverse Heat Transfer: Fundamentals and Applications, *Taylor and Francis*, London, ISBN 156032838X, pp. 37–58, 2000.

PARKER, W.J., JENKINS, R.J., BUTLER, C.P., ABBOT, G.L. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity. *Journal of Applied Physics*, Vol. 32, pp 1679-1684, 1961.

PASQUIER, P., MARCOTTE, D. Robust identification of volumetric heat capacity and analysis of thermal response tests by Bayesian inference with correlated residuals. *Applied Energy*, Vol. 261, pp 114394, 2020.

RAMOS, N. P., CAROLLO, L. F. S., LIMA E SILVA, S. M. M. Contact resistance analysis applied to simultaneous estimation of thermal properties of metals. *Measurement Science and Technology*, 2020.

ROBINSON, G. K. Confidence intervals and regions. Em: D'Agostino, R. B., Sullivan, L., Massaro, J. (eds.) *Wiley Encyclopedia of Clinical Trials*, 2008.

ROCHA, L. A. O., BEJAN, A. Geometric Optimization of Periodic Flow and Heat Transfer in a Volume Cooled by Parallel Tubes. *Journal of Heat Transfer*, Vol. 123(2), pp 233, 2001.

SAWAF, B., ÖZISIK, M.N. AND JARNY, Y. An inverse analysis to estimate linearly temperature dependent thermal conductivity components and heat capacity of an orthotropic medium. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 38, pp 3005-3010, 1995.

SEBER, G. A. F, WILD, C. J. Nonlinear Regression. (New York: *Wiley-Interscience*) pp. 191-203/624-625 ISBN 9780471471356, 2003.

SUN, S.C., QI, H., YU, X.Y., REN, Y.T., RUAN, L.M. Inverse identification of temperaturedependent thermal properties using improved krill herd algorithm. *International Journal of Thermophysics*. Vol. 39, No. 121, pp. 1-21, 2018.

TAKTAK, R., BECK, J.V., SCOTT, E.P. Optimal Experimental Design for Estimating Thermal Properties of Composite Materials, *International Journal of. Heat Mass and Transfer*, Vol 36, pp 2977-2986, 1993.

TARIQ, A., ASIF, M. Experimental investigation of thermal contact conductance for nominally flat metallic contact, *Heat Mass Transf.*, Vol. 52, pp 291–307, 2016.

TARIQ, R., HUSSAIN, Y., SHEIKH, N.A., AFAQ, K. AND ALI, H.M. Regression-based empirical modeling of thermal conductivity of CuO-Water nanofluid using data-driven techniques. *International Journal of Thermophysics*. Vol. 41, No. 43, pp. 1-28, 2020.

TAYLOR, J. R. An Introduction to Error Analysis: The Study of Uncertainties in Physical Measurements, *Sausalito: University Science Books*, ISBN 9780935702750, 1997.

THOMSON, N.H. Análise teórico-experimental para a identificação de propriedades termofísicas com a técnica da sonda-linear. *Dissertação de Mestrado*, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro Brasil, 2005.

TILLMANN, A.R., BORGES, V.L., GUIMARÃES, G., LIMA E SILVA, A.L.F., LIMA E SILVA, S.M.M. Identification of temperature-dependent thermal properties of solid materials. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Science and Engineering*, Vol. 30, pp 269-278, 2008.

VALENCIA, J. J., QUESTED, P.N. Thermophysical properties 15, *ASM Handbook*, Casting, pp. 468–481, 2008.

WILZER, J., KÜPFERLE, J., WEBER, S., THEISEN, W. Temperature-dependent thermal conductivities of non-alloyed and high-alloyed heat-treatable steels in the temperature range between 20 and 500 °C, J. Mater. Sci. Vol. 49, pp 4833–4843, 2014.

WOODBURY, K.A. Inverse Engineering Handbook, *CRC Press*, Boca Raton, Florida, USA., 2003.

WOODBURY, K. A., BECK, J. V. Estimation metrics and optimal regularization in a Tikhonov digital filter for the inverse heat conduction problem. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 62, pp 31–39, 2013.

ZAMEL, N., BECKER, J. WIEGMANN, A. Estimating the Thermal Conductivity and Diffusion Coefficient of the Microporous Layer of Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cells, *Journal of Power Sources*, Vol. 207, pp 70-80, 2012.

ZUECO, J., ALHAMA, F. Simultaneous inverse determination of temperature dependent thermophysical properties in fluids using the network simulation method. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 50, pp 3234-3243, 2007.