



INTER  
FACES  
CIENTÍFICAS

SAÚDE E AMBIENTE

ISSN IMPRESSO 2316-3313

E - ISSN 2316-3798

DOI - 10.17564/2316-3798.2016v5n1p95-106

---

## ESTIMATIVA DE INCERTEZAS NAS MEDIDAS DE TEMPERATURA EM ENSAIOS DE CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA-DSC

UNCERTAINTY ESTIMATE ON MEASURES IN TEMPERATURE TESTING BY DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY – DSC  
ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN MEDIDAS DE TEMPERATURA EN ENSAYOS DE CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE BARRIDO – DSC

---

Micheli de Souza Haack<sup>1</sup>  
Alessandra Konrath<sup>1</sup>

Ana Kelly Cattelan<sup>1</sup>  
Ruth Marlene Campomanes Santana<sup>1</sup>

### RESUMO

Este trabalho apresenta o estudo para a estimativa de incerteza nas medidas de temperatura em ensaios de calorimetria diferencial de varredura (DSC), utilizando uma amostra de polipropileno (PP) para determinar as incertezas em relação ao uso de diferentes massas, à repetitividade e à reprodutibilidade e à diferentes taxas de aquecimento. No estudo ainda foram consideradas as fontes de incerteza referentes ao instrumento de DSC, Q20 TA Instruments, e as medidas de verificação de calibração do DSC com padrões de índio e mercúrio com pureza de 99,99 %. Os ensaios foram realizados

segundo a norma ASTM D3418. Mantendo os experimentos apenas para uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, usualmente a mais utilizada na rotina do laboratório, a incerteza expandida é de 1,82 °C.

### PALAVRAS-CHAVE

Incerteza. DSC. Temperatura. Repetitividade. Reprodutibilidade.

## ABSTRACT

This paper presents the study for the estimation of uncertainty in temperature measurements in calorimetry differential scanning (DSC) testing using a polypropylene sample (PP) to determine the uncertainties regarding the use of different masses, the repeatability and reproducibility and at different heating rates. In the study were still considered the sources of uncertainty for the DSC instrument, Q20 TA Instruments, and verification measures of DSC calibration with indium and mercury patterns, both with purity of 99.99%. The tests were conducted following ASTM D3418 standard.

Keeping the experiments only for a heating rate of 10 °C/min, it is more usually used in the laboratory routine, the expanded uncertainty is 1.82 °C.

## KEYWORDS

Uncertainty. DSC. Temperature. Repeatability. Reproducibility.

## RESUMEN

Este trabajo presenta un estudio para la estimación de la incertidumbre en las mediciones de las temperaturas del teste de calorimetría diferencial de barrido (DSC), usando una muestra de polipropileno (PP) para determinar las incertidumbres con respecto a la utilización de diferentes masas, la repetitividad y reproducibilidad y a diferentes velocidades de calentamiento. En este estudio fueron consideradas las fuentes de incertidumbre relacionado al instrumento DSC, Q20 TA Instruments, y las medidas de verificación de la calibración DSC con los padrones indio y mercurio, ambos con una pureza del 99,99 %. Las pruebas se realizaron

siguiendo la norma ASTM D3418. Para los experimentos realizados a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min, más habitualmente utilizado en la rutina del laboratorio, la incertidumbre expandida fue de 1,82 °C.

## PALABRAS CLAVE

Incetidumbre. DSC. Temperatura. Repetitividad. Reproducibilidad

## 1 INTRODUÇÃO

A busca por melhoria contínua e qualidade de processos e produtos na indústria, na pesquisa e no desenvolvimento tornou-se indispensável nos dias atuais. Em decorrência disto, laboratórios de ensaios e calibrações utilizam ferramentas tal como implantação de sistemas de gestão da qualidade (SGQ), para atender às exigências de mercado e de órgãos acreditadores, como a CGCRE, para auxiliar na organização e na qualidade de serviços prestados.

Para assegurar a qualidade de serviços, cada vez mais os clientes estão exigindo que laboratórios de ensaios e calibrações atendam à norma ABNT NBR ISO/IEC 17025. Esta norma reúne os requisitos básicos para os laboratórios obterem maior credibilidade nos resultados reportados, auxiliando no aumento da satisfação de clientes e na melhoria contínua dos procedimentos, através do fornecimento de serviços de ensaios ou calibração que atendam às exigências de clientes de forma consistente (ABNT, 2005).

Dentre os requisitos propostos na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 está o item 5.4, métodos de ensaio e calibração e validação de métodos, onde está disposto que o laboratório deve expressar em seus resultados a estimativa da incerteza associada a cada método de ensaio (ABNT, 2005).

O resultado de uma medição de uma grandeza física deve sempre ser relatado de forma a dar alguma indicação quantitativa da qualidade do resultado, de forma que aqueles que o utilizam possam avaliar sua confiabilidade. Sem essa indicação, resultados de medição não podem ser comparados, seja entre eles mesmos ou com valores de referência fornecidos numa especificação ou norma. Nesse contexto, portanto, faz-se necessário que exista um procedimento que seja de pronta aplicação, fácil compreensão e ampla aceitação para caracterizar a qualidade de um re-

sultado de uma medição, isto é, para avaliar e expressar a sua incerteza (INMETRO/CICMA/SEPIN, 2012)

A determinação de propriedades térmicas de sólidos e líquidos é um fator muito importante para uma variedade de aplicações tecnológicas que envolvem transferência de calor e fluxo em altas temperaturas (CASTRO et al., 2000). Para materiais poliméricos é imprescindível o conhecimento de propriedades físicas como temperatura de fusão, cristalização e transição vítrea para a escolha do uso e aplicação dos mesmos.

A técnica analítica de calorimetria diferencial de varredura (DSC) mede a variação do fluxo de calor em função da temperatura, entre o material de estudo e um padrão de referência. A análise pode ser realizada com um programa de aquecimento ou resfriamento com velocidade de variação de temperatura programável (em geral na faixa de 5 a 20 °C/min) ou ainda em modo isotérmico, mantendo a temperatura constante, em qualquer temperatura dentro da faixa de operação do equipamento, durante um determinado tempo. Nessa análise podem ser detectados eventos térmicos de primeira ordem como fusão, cristalização, decomposição, reticulação ou cura; e eventos térmicos de segunda ordem como transição vítrea, transições conformacionais, transições indicativas de formas polimórficas e calor específico e de reação (LUCAS et al., 2001)

## 2 OBJETIVOS

O objetivo do presente trabalho é apresentar o estudo para a estimativa de incerteza nas medidas das temperaturas características do material polimérico semicristalino (temperaturas de fusão e de cristalização) em ensaios de calorimetria diferencial de varredura (DSC), utilizando uma amostra de PP (um dos

materiais poliméricos que é usado em tubulações de transporte e distribuição de água) e padrões de índio e mercúrio. Cabe ressaltar que a determinação destas duas temperaturas (fusão e cristalização) nestes dois eventos térmicos (endotérmico e exotérmico) são importantes, pois facilita na parametrização das condições de processamento e da estabilidade dimensional e indiretamente das propriedades de barreira a água.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais e equipamentos utilizados para o desenvolvimento do trabalho foram:

- Amostra de polipropileno (PP) procedente de um programa interlaboratorial do qual o laboratório participou
- Índio 99,99 % Sigma-Aldrich
- Mercúrio 99,99 % Sigma-Aldrich
- Nitrogênio gasoso 99,999 % Air Liquide
- Cadinhos de alumínio (porta-amostra padrão para DSC) TA Instruments
- Prensa para encapsulamento de amostras TA Instruments
- Calorímetro diferencial de varredura DSC Q20 TA Instruments
- Software *Advantage for Q Series TA Instruments*
- Software *Universal Analysis 2000*
- Balança analítica Sartorius

O procedimento adotado para a realização dos ensaios com amostra de PP seguiu as recomendações da norma ASTM D3418 (ASTM, 2015). Os procedimentos de calibração do equipamento foram realizados conforme as instruções do fabricante do equipamento e das normas ASTM E967 (ASTM, 2014) e ASTM E968 (ASTM, 2014).

Para a calibração do equipamento de DSC Q20 foram utilizados os padrões de índio e mercúrio. As calibrações do equipamento foram realizadas com ta-

zas de aquecimento de 10 e 20 °C/min sob atmosfera de nitrogênio. Foram seguidas as etapas abaixo para cada taxa de aquecimento:

- 1) Preparação dos padrões: Pesagem em balança analítica de aproximadamente  $5 \pm 0,5$  mg de massa de cada padrão nos respectivos cadinhos de alumínio e encapsulamento na prensa.
- 2) Calibração da linha de base do equipamento conforme as instruções do fabricante, mantendo a célula do DSC vazia e percorrendo a faixa de temperatura usual de trabalho de -90 a 400 °C.
- 3) Calibração do fluxo de calor (constante da célula): Varredura de cada padrão em sua faixa de calibração mantendo o modo de calibração para constante da célula. (Mercúrio de -68,83 a 10,00 °C; Índio de 126,60 a 180,00 °C).
- 4) Calibração da temperatura: Varredura de cada padrão em sua faixa de calibração mantendo o modo de calibração para temperatura. (Mercúrio de -68,83 a 10,00 °C; Índio de 126,60 a 180,00 °C).
- 5) Análise dos dados: Os dados obtidos nas etapas anteriores são analisados no software *Advantage for Q Series* e reportados automaticamente pelo software de controle.

6) Verificação da calibração: No modo de experimento, varredura de cada padrão na sua faixa de temperatura. Os valores obtidos para as temperaturas de fusão *onset* no software *Universal Analysis 2000* foram analisados e comparados com os valores de referência teóricos.

Para a execução dos ensaios com a amostra de PP, no equipamento DSC Q20, foram seguidas as seguintes etapas:

- 1) Preparação das amostras: Pesagem em balança analítica de 5,50 a 5,70 mg de massa de

amostra de PP em cadinho de alumínio e encapsulamento na prensa.

2) Execução dos ensaios em taxa de 10 °C/min, por dois operadores, e taxa de 20 °C/min, por um operador, no modo experimento sob atmosfera de nitrogênio. Realizado um primeiro aquecimento de 25 a 200 °C, mantida isoterma por 10 minutos a 200 °C com posterior resfriamento até 25 °C, seguido de um segundo aquecimento até 200 °C.

3) Análise dos dados: A análise dos dados e marcação das temperaturas de fusão e cristalização foram realizadas no software *Universal Analysis 2000*.

Para o estudo da contribuição da calibração na incerteza de medição foram realizados experimentos com índio e mercúrio, sob atmosfera de nitrogênio, por um operador, através das seguintes etapas:

1) Preparação das amostras: Pesagem em balança analítica de aproximadamente  $5 \pm 0,5$  mg de massa de cada padrão nos respectivos cadinhos de alumínio e encapsulamento na prensa.

2) Execução dos ensaios em taxa de 10 °C/min, por um operador: Varredura de cada padrão em sua faixa de verificação mantendo o modo de experimento. (Mercúrio de -68,83 a 10,00 °C; Índio de 126,60 a 180,00 °C).

3) Análise dos dados: A análise dos dados e marcação das temperaturas de fusão foram realizadas no software *Universal Analysis 2000*.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nos estudos para estimativa de incerteza nas medidas de temperatura, em ensaios de DSC, foram realizados experimentos para verificar a influência da massa da amostra utilizada, a repetitividade e reprodutibilidade e o uso de diferentes taxas de aque-

cimento. Foram também consideradas, como fontes de incerteza, resolução, precisão e exatidão do equipamento DSC Q20 TA Instruments e as medidas de verificação da calibração do DSC com padrões de índio e mercúrio.

### 4.1 CONTRIBUIÇÃO DA MASSA

Inicialmente, para verificar a influência da massa, foram realizados oito ensaios com amostra de PP, utilizando uma taxa de aquecimento de 10 °C/min.

Tabela 1 - Dados experimentais para estudo da influência da massa nas medidas de temperatura.

Medidas Amostra de PP	Massa (mg)	Temperatura no pico (°C)	
		Fusão	Cristalização
1	4,64	163,35	114,58
2	4,94	163,99	115,78
3	5,01	164,53	114,28
4	5,17	165,46	115,18
5	5,55	164,34	115,78
6	10,06	165,19	114,51
7	12,14	165,36	113,99
8	15,04	166,88	113,70

Fonte: HAACK, M. S. et al (2015)

Conforme os dados experimentais obtidos na tabela 1, verificou-se que ocorre um pequeno acréscimo na temperatura de fusão em função do aumento da massa, considerando-se as medidas 5 a 8. Porém, em relação às medidas 1 a 5, não é possível inferir alguma conclusão devido aos valores obtidos parecerem aleatórios, assim como nas medidas de 1 a 8 de para temperatura de cristalização.

Conforme o procedimento adotado (ASTM, 2014), onde é sugerido usar massas próximas de 5 mg para determinações de temperaturas e calores de fusão e cristalização, optou-se por desconsiderar a massa

como fonte de incerteza, desde que se use uma faixa de massa fixa e adequada para a amostra a ser analisada. Nos experimentos seguintes foi utilizada uma faixa de 5,50 a 5,70 mg de amostra de PP, conforme usado em programa interlaboratorial. A contribuição da massa para incerteza de medição de temperatura em DSC está dentro do estudo de repetitividade e reprodutibilidade.

#### 4.2 CONTRIBUIÇÃO DA REPETITIVIDADE E DA REPRODUTIBILIDADE

Os estudos de repetitividade e reprodutibilidade (R&R) foram realizados utilizando taxa de 10 °C/min (a taxa de aquecimento comumente mais utilizada) onde dois operadores realizaram sete medidas para a amostra de PP. Os dados obtidos nesse estudo estão apresentados na tabela 2.

Tabela 2 - Dados experimentais obtidos do estudo de repetitividade e reprodutibilidade (R&R).

Medidas	Massa (mg)		Temperatura de Fusão (°C)		Temperatura de Cristalização (°C)		
	Amostra de PP	Técnico 1	Técnico 2	Técnico 1	Técnico 2	Técnico 1	Técnico 2
1		5,65	5,65	164,37	164,64	113,46	114,11
2		5,59	5,56	164,18	163,93	114,36	115,19
3		5,59	5,55	164,18	163,69	114,12	114,32
4		5,54	5,57	164,90	163,96	114,10	114,40
5		5,63	5,65	164,64	163,51	113,38	115,19
6		5,61	5,63	164,50	163,77	113,67	114,75
7		5,65	5,69	163,61	164,63	114,45	115,02
Média		5,61	5,61	164,34	164,02	113,93	114,71
Desvio padrão		0,04	0,05	0,41	0,45	0,43	0,44

Fonte: HAACK, M. S. et al (2015)

No termograma de DSC obtido em um dos experimentos conduzido a uma taxa de 10 °C/min para a amostra de PP, figura 1, verifica-se o perfil da curva e as marcações dos pontos de fusão e cristalização no pico, assim como a temperatura de *onset* e o respectivos calores, tomados para a fusão no intervalo de integração de 60 a 180 °C e, para a cristalização, no intervalo de 70 a 130 °C. Os resultados utilizados

para a estimativa da incerteza foram reportados com uso das temperaturas de pico, na qual a maioria dos cristais se fundem ou cristalizam.

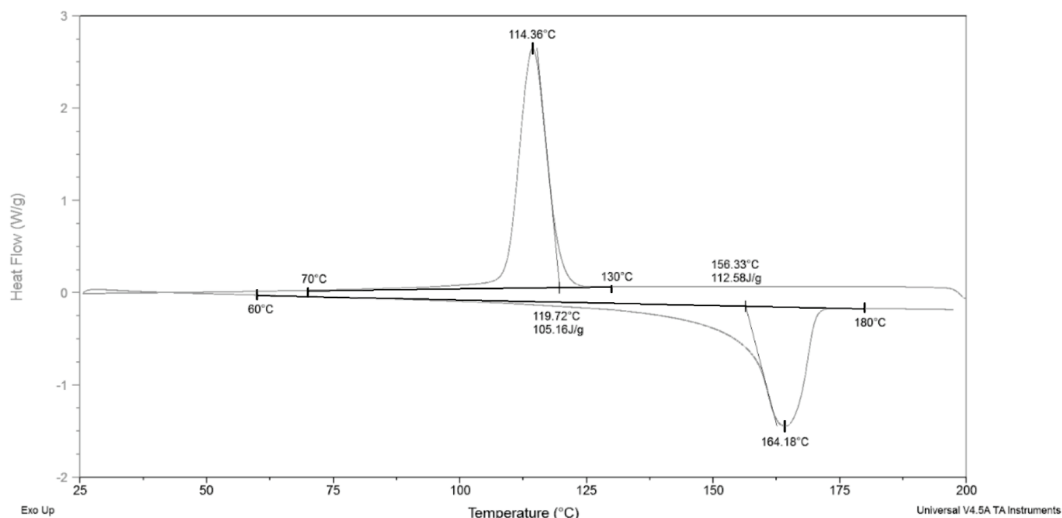
Foi reportado desse estudo de R&R, para a planilha de incerteza, o valor do desvio padrão máximo obtido entre os resultados para a repetitividade (r) e para a reprodutibilidade (R) conforme a tabela 3:

Tabela 3 - Dados calculados a partir dos dados experimentais de R&R.

Parâmetro	$\Sigma s^2$	$s^2r$	$s^2L$	$s^2R$	m	r	R
$T_m$	0,37	0,18	0,03	0,21	164,18	1,20	1,28
$T_c$	0,38	0,19	0,27	0,46	114,32	1,22	1,91

Fonte: HAACK, M. S. et al (2015)

Figura 1 - Exemplo de termograma de DSC para amostra de PP mostrando o resfriamento e o segundo aquecimento.



Fonte: HAACK, M. S. et al (2015)

### 4.3 CONTRIBUIÇÃO DA CALIBRAÇÃO

A contribuição da calibração para a incerteza foi avaliada através da realização de ensaios de verificação da calibração, utilizando taxa de 10 °C/min, com cadinhos contendo os padrões de índio e mercúrio, diferentes dos usados na verificação da calibração, fazendo sete varre-

dures de cada padrão, pelo mesmo operador. Os dados obtidos neste estudo foram reportados na tabela 4. Termogramas de DSC obtidos para o índio e mercúrio estão mostrados nas figuras 2 e 3, respectivamente.

Foi considerado o valor do máximo desvio padrão obtido, para a planilha de incerteza.

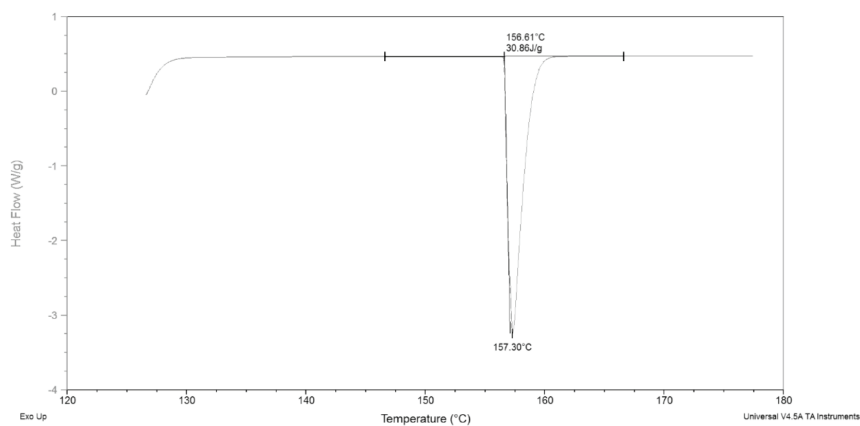
Tabela 4 - Dados experimentais obtidos para a fonte de incerteza proveniente da calibração do equipamento.

Medidas	Temperatura de Fusão (°C)			
	Mercúrio		Índio	
	via onset	no pico	via onset	no pico
1	-38,83	-37,99	156,65	157,40
2	-38,90	-38,10	156,57	157,26
3	-38,90	-38,09	156,59	157,25
4	-38,91	-38,08	156,64	157,44
5	-38,89	-38,05	156,61	157,33
6	-38,93	-38,11	156,61	157,31
7	-38,92	-38,13	156,61	157,30

Medidas	Temperatura de Fusão (°C)			
	Mercúrio		Índio	
	via onset	no pico	via onset	no pico
Média	-38,90	-38,08	156,61	157,33
Desvio padrão	0,03	0,05	0,03	0,07

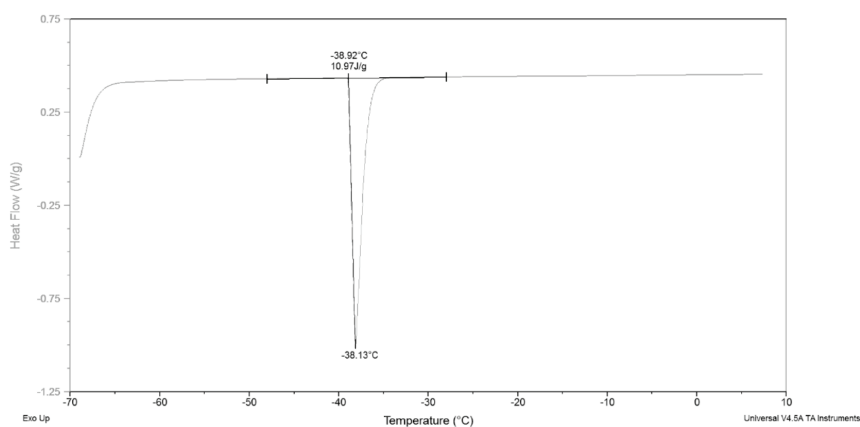
Fonte: HAACK, M. S. et al (2015)

Figura 2 - Termograma de DSC obtido para o padrão de índio.



Fonte: HAACK, M. S. et al (2015)

Figura 3 - Termograma de DSC obtido para o padrão de mercúrio.



Fonte: HAACK, M. S. et al (2015)



#### 4.4 CONTRIBUIÇÃO DA TAXA DE AQUECIMENTO E RESFRIAMENTO

Os resultados da tabela 5 e a sobreposição das curvas na figura 4 mostram que o estudo de incerteza em diferentes taxas de aquecimento ou resfriamento devem ser tratadas separadamente. No evento de fusão a diferença entre as temperaturas obtidas com as duas taxas é muito pequena; observa-se apenas dife-

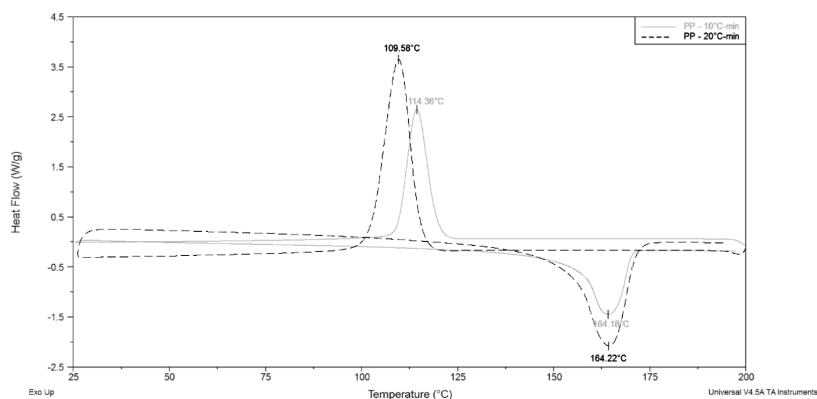
rença no perfil do pico de fusão. Já para o evento de cristalização obteve-se uma diferença em torno de 4 °C na temperatura, com as diferentes taxas de aquecimento, observada também pelo deslocamento do pico de cristalização visualizado na figura 4. Portanto, essa fonte de incerteza não será incluída na planilha; mas devem ser construídas diferentes planilhas de incerteza para cada taxa de aquecimento.

Tabela 5 - Dados experimentais comparativos entre as taxas de 10 e 20 °C/min.

Medidas	Massa (mg)		Temperatura de Fusão (°C)		Temperatura de Cristalização (°C)	
	10 °C/min	20 °C/min	10 °C/min	20 °C/min	10 °C/min	20 °C/min
Amostra de PP						
1	5,65	5,56	164,37	164,50	113,46	109,80
2	5,59	5,63	164,18	163,64	114,36	110,50
3	5,59	5,69	164,18	163,88	114,12	109,91
4	5,54	5,62	164,90	164,15	114,10	109,92
5	5,63	5,70	164,64	163,92	113,38	110,18
6	5,61	5,66	164,50	163,21	113,67	110,51
7	5,65	5,70	163,61	164,22	114,45	109,58
Média	5,61	5,65	164,34	163,93	113,93	110,06
Desvio padrão	0,04	0,05	0,41	0,42	0,43	0,35

Fonte: HAACK, M. S. et al (2015)

Figura 4 - Termogramas comparativos de curvas de DSC para amostra de PP em taxas de 10 e 20 °C/min



Fonte: HAACK, M. S. et al (2015)

## 4.5 PLANILHA DE INCERTEZA

A tabela 6 apresenta a planilha final para a incerteza de medição nas temperaturas, para o ensaio de DSC, para uma taxa de aquecimento e resfriamento de 10 °C/min, sob atmosfera de nitrogênio, utilizando amostras de PP com massas entre 5,50 a 5,70 mg e pa-

drões de índio e mercúrio com massa aproximada de 5 mg. Os valores de resolução, exatidão e precisão do equipamento foram obtidos do manual do fabricante (TA INSTRUMENTS, 2007). A planilha de incerteza foi construída com fator de abrangência k calculado para um nível de confiança de aproximadamente 95 %.

Tabela 6 - Planilha de incerteza obtida para medidas de temperatura em ensaios de DSC a 10 °C/min sob atmosfera de nitrogênio construída com fator de abrangência k calculado para um nível de confiança de aproximadamente 95 %.

Variável	Fonte de incerteza	Estimativa da fonte de incerteza ( $\pm$ )	Distribuição de probabilidade	Divisor	Incerteza padrão	Coefficiente de sensibilidade	Contribuição de incerteza ( $\mu_i$ ) $\pm$	Grau de liberdade $\nu_i$
T	Resolução do equipamento (°C)	0,01	retangular	3,46	0,0029	1	0,0029	infinito
T	Exatidão do equipamento (°C)	0,10	retangular	3,46	0,0289	1	0,0289	infinito
T	Precisão do equipamento (°C)	0,05	retangular	3,46	0,0145	1	0,0145	infinito
T	Desvio padrão máx. R&R (°C)	1,91	t-student	2,65	0,7214	1	0,7214	6,00
T	Desvio padrão máx. calibração (°C)	0,07	t-student	2,65	0,0265	1	0,0265	6,00
Incerteza combinada ( $U_c$ )					$U_c = 0,72$			$\nu_{eff} = 6,04$
Incerteza expandida ( $U$ )					$U = 1,82$			$k = 2,52$

Fonte: HAACK, M. S. et al (2015)

## 5 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos dos experimentos mostram que as temperaturas de fusão e cristalização para o PP variam significativamente com a taxa de aquecimento. Desta forma, ao se fazer um experimento, deve-se escolher uma única taxa para cada amostra. Neste

caso, não se justifica incluir esta fonte na planilha de incertezas. Mantendo os experimentos apenas para uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, usualmente a mais utilizada nos experimentos rotineiros do laboratório, a incerteza expandida é de 1,82 °C. Conclui-se, portanto, que a incerteza devido a massa está incluída no estudo de repetitividade e reprodutibilidade,

porém os estudos de incertezas para diferentes taxas de aquecimento devem ser tratados separadamente. Analisando a planilha de incerteza verifica-se que a maior componente da incerteza nas medidas das temperaturas características do polímero semicristalino (PP) em ensaios de DSC está relacionada com a repetitividade e a reprodutibilidade, cerca de 90 %.

## 6 RECONHECIMENTOS

Os autores agradecem ao apoio financeiro da FINEP e dos projetos SIBRATEC (RESAG, RTP e RESETRA).

## REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D34-18: Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry. West Conshohocken. Pennsylvania. 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E967**: Standard Test Method for Temperature Calibration of Differential Scanning Calorimeters and Differential Thermal Analyzers. West Conshohocken. Pennsylvania. 2014.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E968**: Standard Practice for Heat Flow Calibration of Differential Scanning Calorimeters. West Conshohocken. Pennsylvania. 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS-ABNT.. **NBR ISO/IEC 17025**: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro. 2005.

CASTRO, C. A. N. et al. **Calibration of a DSC: its importance for the traceability and uncertainty of thermal measurements**. Thermochemica Acta. v.347, p.85-91. 2000.

INMETRO/CICMA/SEPIN. **Avaliação de dados de medição - Guia para expressão de incerteza de medição - GUM 2008**. Duque de Caxias. Rio de Janeiro. 2012.

LUCAS, E. F. et al. **Caracterização de Polímeros: Determinação de peso molecular e análise térmica**. Rio de Janeiro: E-papers Serviços Editoriais Ltda. 2001.

TA INSTRUMENTS - WATERS LLC. **DSC Differential Scanning Calorimeter Q Series Getting Started Guide**. Revision . 2007.

---

Recebido em: 29 de Maio de 2016  
Avaliado em: 30 de Maio de 2016  
Aceito em: 3 de Junho de 2016

---

**1. Departamento de Engenharia de Materiais - UFRGS, Porto Alegre/RS, Brasil**