



Marcelo dos Santos Monteiro

**Avaliação metrológica da estabilidade
termoelétrica de termopar AuPt**

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-graduação em Metrologia para a Qualidade Industrial do Centro Técnico Científico da PUC-Rio.

Orientador: Prof. Alcir de Faro Orlando

Rio de Janeiro
Setembro de 2002

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

Marcelo dos Santos Monteiro

Graduou-se em Engenharia Industrial Habilitação Elétrica com Ênfase em Eletrônica no Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET-RJ) em 1995. Trabalha no Laboratório de Termometria do Inmetro onde é responsável por calibrações e pesquisas em termometria termoelétrica e pela automatização de processos. É avaliador de laboratórios para credenciamento junto ao Inmetro e membro da Comissão Técnica de Temperatura da Divisão de Credenciamento de Laboratórios do Inmetro.

Ficha Catalográfica

Monteiro, Marcelo dos Santos

Avaliação metrológica da estabilidade termoelétrica de termopar AuPt / Marcelo dos Santos Monteiro; orientador: Alcir de Faro Orlando. – Rio de Janeiro: PUC, Centro Técnico Científico da PUC, 2002.

v., 93 f.: il. ; 29,7 cm

1. Dissertação (mestrado) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Centro Técnico Científico da PUC.

Inclui referências bibliográficas.

1. Termometria. 2. Termopar. 3. Ouro-platina. 4. Metrologia. I. Orlando, Alcir de Faro. II. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Centro Técnico Científico da PUC. III. Título.



Marcelo dos Santos Monteiro

Avaliação Metrológica da Estabilidade Termoeétrica de Termopar AuPt

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Metrologia do Centro Técnico Científico da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

Alcir de Faro Orlando

Prof. Alcir de Faro Orlando

Orientador

Departamento de Engenharia Mecânica – PUC-Rio

Maurício Nogueira Frota

Prof. Maurício Nogueira Frota

Programa de Pós-Graduação em Metrologia – PUC-Rio

Raul Almeida Nunes

Prof. Raul Almeida Nunes

Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia – PUC-Rio

Vanderléa de Souza

Dra. Vanderléa de Souza

Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade – INMETRO

Paulo Roberto da Fonseca Santos

Engº Paulo Roberto da Fonseca Santos

Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade – INMETRO

Ney Augusto Dumont

Prof. Ney Augusto Dumont

Coordenador Setorial do

Centro Técnico Científico – PUC-Rio

Rio de Janeiro, 25 de setembro de 2002

À minha esposa Ana.

Agradecimentos

Ao meu orientador Professor Alcir de Faro Orlando pelo apoio e pela paciência no desenvolvimento deste trabalho.

Aos colegas da Divisão de Metrologia Térmica do Inmetro Paulo Roberto da Fonseca Santos, Slavolhub Garcia Petkovic, Renato Nunes Teixeira, José Felipe Neves Santiago, Rodrigo da Silva, Damares da Silva Santos e Cristina Costa, pelo apoio.

À Eliane Albernaz, secretária do ITUC, pela permanente presteza e total zelo no desempenho de sua função.

Aos meus amigos Fernando Antônio Leite Goulart, Wellington dos Santos Barros, Janice de Brito Fernandes e Fábio Destéfani Campos pelo incentivo e pelo auxílio no desenvolvimento deste trabalho.

Aos professores da Comissão examinadora.

Aos meus familiares, fonte de inspiração e sucesso.

Resumo

Monteiro, Marcelo dos Santos; Orlando, Alcir de Faro. **Avaliação metrológica da estabilidade termoelétrica de termopar AuPt.** Rio de Janeiro, 2002. 93p. Dissertação de Mestrado – Centro Técnico Científico, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Em 1990, com a adoção da Escala Internacional de Temperatura de 1990, o termopar de platina e platina/ródio deixou de ser o instrumento de interpolação entre 630°C e 1064°C, em virtude de sua pouca estabilidade, sendo a partir daí utilizados o termômetro de resistência de platina de alta temperatura (TRPAT) e o termômetro de radiação. Este estudo realiza uma investigação prática das características de um termopar de ouro e platina, ambos com pureza superior a 99,999%, no que diz respeito à sua estabilidade termoelétrica e à homogeneidade de seus termoelementos, questionando a possibilidade de seu uso como alternativa ao emprego do TRPAT em processos de medição que exijam grande exatidão com custo mais baixo.

Neste trabalho, o termopar estudado foi submetido a temperaturas próximas ao seu limite máximo de operação, que é de 1000°C, por mais de 1500 horas, sendo avaliadas a sua estabilidade e a sua homogeneidade em função do tempo de uso, com o auxílio de uma célula de ponto fixo da prata do Inmetro, que é um padrão primário de temperatura.

Palavras-chave:

Termometria; termopar; ouro-platina; metrologia

Abstract

Monteiro, Marcelo dos Santos; Orlando, Alcir de Faro (Advisor). **Metrological estimation of thermoelectric stability in AuPt thermocouple**. Rio de Janeiro, 2002. 93p. MSc. Dissertation – Centro Técnico Científico, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

In 1990, with the adoption of the International Temperature Scale of 1990, the platinum/platinum-rhodium thermocouple was removed as the interpolation instrument between 630°C and 1064°C, due its low stability, in favor of the high temperature standard platinum resistance thermometer (HTSPRT) and the radiation thermometer. In this work, it is performed a practical investigation of the characteristics of a 99,999% purity gold-platinum thermocouple, concerning its thermoelectric stability and homogeneity of its thermoelements, questioning the possibility of its use as an alternative to the HTSPRT in measurement processes requiring high accuracy with lower costs.

In this work, the test thermocouple was exposed to temperatures close to its upper limit (1000°C) for more than 1500 hours, being its stability and homogeneity evaluated as function of time, with aid of a silver fixed point cell from Inmetro, that is a temperature primary standard.

Keywords:

Thermometry; thermocouple; gold-platinum; metrology

Sumário

1. Introdução	14
1.1. Apresentação	14
1.2. Objetivos	15
1.3. Resultados esperados.....	15
1.4. Conceitos metrológicos	16
1.4.1. O Sistema Internacional de Unidades	16
1.4.2. Padrão.....	17
1.4.3. Padrão de referência	17
1.4.4. Padrão primário.....	17
1.4.5. Padrão nacional	17
1.4.6. Calibração	18
1.4.7. Rastreabilidade	18
1.4.8. Exatidão de medição	18
1.4.9. Repetitividade.....	19
1.4.10. Reprodutibilidade	19
2. Escala Internacional de Temperatura de 1990.....	20
2.1. Unidades de temperatura	20
2.2. Princípios da Escala Internacional de Temperatura de 1990	21
2.3. Definição da Escala Internacional de Temperatura de 1990	21
2.4. Escalas anteriores e suas diferenças para a ITS-90	22
2.4.1. ITS-27.....	23
2.4.2. ITS-48.....	23
2.4.3. IPTS-48 (edição emendada de 1960).....	24
2.4.4. IPTS-68	24
2.4.5. IPTS-68 (edição emendada de 1975).....	25
2.4.6. EPT-76	26
3. Laboratório de Termometria do Inmetro.....	27
3.1. Visão geral do Later	27
3.2. Pontos fixos de definição.....	28
3.3. Laboratórios credenciados	29

3.4. Rastreabilidade das medições	31
4. Termometria termoelétrica	32
4.1. Fenômeno termoelétrico.....	32
4.2. Efeito Seebeck	33
4.3. Efeito Peltier	34
4.4. Efeito Thomson	35
4.5. Lei dos metais homogêneos.....	36
4.6. Lei dos metais intermediários.....	37
4.7. Lei das temperaturas sucessivas ou intermediárias	38
4.8. Tipos usuais de termopares	39
4.9. Modelo de medição	41
4.10. Aplicação.....	43
4.11. Funções de referência.....	43
5. Termopar ouro/platina	44
5.1. Detalhes construtivos	45
5.2. Operação/utilização.....	46
5.3. Calibração pelo método dos pontos fixos de temperatura.....	46
5.4. Ajuste matemático dos dados e cálculo da incerteza de ajuste	47
5.5. Automatização do processo e dos cálculos matemáticos	50
6. Avaliação da estabilidade do termopar ouro/platina.....	51
6.1. Metodologia.....	52
6.1.1. Calibração inicial por pontos fixos de temperatura.....	53
6.1.2. Teste inicial de imersão no ponto da prata.....	54
6.1.3. Teste inicial de repetitividade no ponto da prata	55
6.1.4. Análise da repetitividade no ponto da prata em função do uso	57
6.1.5. Calibração final por pontos fixos de temperatura	59
6.1.6. Teste final de imersão no ponto da prata	60
6.2. Análise dos resultados	61
6.3. Equipamentos e instrumentos utilizados	62
6.4. Falhas e problemas.....	64

7. Resultados	65
7.1. Análise dos testes	65
7.2. Comparação contra termopar Pt/Pt10%Rh e TRP	65
7.3. Planilha de incerteza	68
7.4. Cálculo do erro normalizado.....	69
7.5. Outras considerações.....	70
8. Conclusões e Sugestões.....	72
8.1. Conclusões.....	72
8.2. Sugestões	73
Referências bibliográficas	74
Apêndice 1 - Gráficos das medições no ponto fixo da prata	77
Apêndice 2 - Gráficos das medições das calibrações inicial e final.....	87
Apêndice 3 - Relatório de ajuste da função da calibração final.....	92

Lista de figuras

Figura 1 – Célula selada de ponto fixo de temperatura – metal	29
Figura 2 – A f.e.m. não sofre alteração com um terceiro metal	37
Figura 3 – Diferença das f.e.m. em relação a um terceiro metal	38
Figura 4 – Temperaturas sucessivas ou intermediárias	38
Figura 5 – Modelo usual de medição com termopar	42
Figura 6 – Detalhes construtivos e dimensões do termopar AuPt.....	45
Figura 7 – Configuração para medição em um ponto fixo	47
Figura 8 – Gráfico da análise inicial da profundidade de imersão	55
Figura 9 – Gráfico da análise inicial da repetitividade	57
Figura 10 – Gráfico da análise da repetitividade em função do uso.....	59
Figura 11 – Gráfico da análise final da profundidade de imersão	61
Figura 12 – Gráfico das diferenças entre os testes de imersão	62
Figura 13 – Gráfico da análise da imersão de um termopar tipo S	66

Lista de tabelas

Tabela 1 – Os pontos fixos de definição da ITS-90	22
Tabela 2 – Coeficientes da tabela de referência do termopar AuPt	43
Tabela 3 – Cálculo dos valores de δ_i	48
Tabela 4 – Coeficientes da função da calibração inicial	53
Tabela 5 – Valores e desvios para a tabela de referência	54
Tabela 6 – Comparação com calibração na Hart Scientific	54
Tabela 7 – Valores lidos no teste de repetitividade inicial	56
Tabela 8 – Valores lidos no teste de repetitividade em função do uso	58
Tabela 9 – Coeficientes da função da calibração final	60
Tabela 10 – Valores e desvios para a tabela de referência	60
Tabela 11 – Comparação com calibração inicial	60
Tabela 12 – Comparação entre as calibrações	61
Tabela 13 – Planilha de incerteza de medição proposta	68
Tabela 14 – Desvios máximos entre as calibrações e E_n	70

Lista de símbolos e nomenclaturas

Inmetro – Inst. Nac. de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial

Nist – National Institute of Standards and Technology

PTB – Physikalisch Technisch Bundesanstalt

NPL – National Physical Laboratory

NRC – National Research Council

BIPM – Bureau International des Poids et Mesures

CIPM – Comitê Internacional de Pesos e Medidas

CGPM – Conferência Geral de Pesos e Medidas

Later – Laboratório de Termometria do Inmetro

RBC – Rede Brasileira de Laboratórios de Calibração

RBLE – Rede Brasileira de Laboratórios de Ensaio

ITS-90 – Escala Internacional de Temperatura de 1990

T – temperatura termodinâmica

t – temperatura Celsius

T_{90} – Temperatura Internacional Kelvin

t_{90} – Temperatura Internacional Celsius

TRP – Termômetro de resistência de platina

TRPAT – Termômetro de resistência de platina de alta temperatura

AuPt – Termopar de fios de ouro e de platina.

Pt/PtRh – Termopar de fios de platina e liga de platina/ródio

Pt/Pt10%Rh – Termopar de fios de platina e liga de platina/10% de ródio

E, f.e.m. – força eletromotriz

ER – força eletromotriz de referência

$\Delta E, \delta$ – Desvio da força eletromotriz em relação à tabela de referência

α – Coeficiente Seebeck

π – Coeficiente Peltier

Q – Calor gerado ou absorvido

i – Corrente elétrica

n – número de pontos medidos

m – grau de ajuste da curva

r – resíduo de ajuste