3 Metodologia Experimental

3.1. Introdução

No Brasil diversos setores industriais como a siderurgia, o petroquímico, o nuclear e o de vidros, utilizam sensores de temperatura por radiação para medição de seus processos e / ou produtos que operam ou encontram-se acima de 1000°C.

Apesar de haver potencialmente uma grande demanda de serviços de calibração de sensores de temperatura por radiação, no Brasil, há somente dois laboratórios acreditados pela Rede Brasileira de Calibração (RBC) além do próprio Inmetro, capazes de realizá-los com competência técnica e rastreabilidade aos padrões nacionais de mais alta exatidão, garantindo assim, a base técnica imprescindível ao livre comércio nos mercados globalizados e a disseminação do conhecimento técnico na área medição de temperatura sem contato.

O laboratório de calibração rastreado aos padrões internacionais é o Laboratório de Pirometria (Lapir) do Inmetro[16].

Laboratório de Pirometria (Lapir)[16]

Divisão de Metrologia Térmica Av. Nossa Senhora das Graças,n°50 25250-020 – Xerém – Duque de Caxias – RJ Tel.: (21) 26799060 - Fax.: (21)2679-9027. Gerente Técnico: Sr. Renato Nunes Teixeira e-mail: <u>lapir@inmetro.gov.br</u>.

O Lapir oferece serviços de calibração na faixa de medição 100° C a 1500° C com incerteza de medição variando entre $\pm 2^{\circ}$ C a $\pm 4^{\circ}$ C, para termômetros de radiação infravermelha, e de 800°C a 2200°C com incerteza de medição variando entre $\pm 1,0^{\circ}$ C a $\pm 2,5^{\circ}$ C para sensores de radiação que operam dentro do espectro visível.

Laboratórios acreditados pela RBC para calibração de termômetros de radiação infravermelha

3.2.1. Usinas Siderúrgicas de Minas Gerais S/A – USIMINAS

Laboratório de Calibração de Instrumentação-IHI Avenida Pedro Linhares Gomes, nº 5431 – USIMINAS 35160-900 - Ipatinga – Minas Gerais – MG Tel.: (31)3829-2482 Fax.: (31) 38293148 Gerente Técnico: Sr. Pedro Messina Neto e-mail: phespanhol@usiminas.com.br

O IHI oferece serviços de calibração de termômetros de radiação infravermelha nas seguintes faixas de medição: de 50°C até < 550°C com menor incerteza de medição de $\pm 1,0$ °C, de 550°C até < 1100°C com menor incerteza de medição de $\pm 1,6$ °C e de 1100°C até 1500°C com menor incerteza de medição de $\pm 1,4$ °C até $\pm 2,1$ °C.

3.2.2.Companhia Siderúrgica de Tubarão – CST

Laboratório de Calibração Avenida Brigadeiro Eduardo Gomes, nº 930 Jardim Loureiro - 29164280 – Serra – Espírito Santo Tel.: (27)3348-2162 / 2314 Fax.: (27) 3348-2080 Gerente Técnico: Sr. Samuel Vieira e-mail: <u>labcal@tubarao.com.br</u>

A CST oferece serviços de calibração de termômetros de radiação infravermelha nas seguintes faixas de medição: de 500°C até 1100°C com menor incerteza de medição de $\pm 1,7$ °C e de 1100°C até 1500°C com menor incerteza de medição de $\pm 3,5$ °C.

3.3. Padrão de transferência e o objeto da calibração

Conforme o VIM[17], calibração é um "conjunto de operações que estabelece, sob condições especificadas, a relação entre os valores indicados por um instrumento ou sistema de medição e os valores estabelecidos por padrões.".

Para atingir o objetivo desta dissertação, que é o de calibrar sensores de temperatura de fornos que trabalham em altas temperaturas, primeiramente denominaremos como: "padrão de transferência", o termômetro de radiação infravermelha, com as características descritas a seguir e como "objeto da calibração" o sensor de temperatura que controla o forno de sinterização de pastilhas de dióxido de urânio (UO₂) que se localiza nas Indústrias Nucleares do Brasil (INB), com as características descritas a seguir.

3.3.1.Padrão de transferência[Anexo 1]

Denominação:	Termômetro de radiação infravermelha
Modelo:	MRS1SB
Fabricante:	Raytek
Faixa de Medição:	800°C a 1800°C
Resolução:	1°C
Modo de Operação 1C:	0,75µm a 1,1µm
Modo de Operação 2C:	Razão entre 0,75µm a 1,1µm e 0,95µm a
	1,1µm
Ajuste de Emissividade:	de 0,100 a 1,000 com incremento de 0,001
Resolução Ótica:	82:1
Distância de focalização:	600 mm ao ∞
Menor Tamanho de Alvo:	Ø 7,3 mm

3.3.2.Objeto da Calibração

Denominação:	Sensor de temperatura do forno de sinterização
Sensor de Temperatura:	Termopar tipo C (W5%-Re/W25%-Re), acoplado
	a um controlador e indicador
Fabricante:	Alemanha
Faixa de Medição:	0°C a 2400°C
Controlador e Indicador:	Controlador microprocessado e indicador de
	temperatura
Modelo	TH-2131
Fabricante:	THERMA

3.4. Metodologia Experimental

A metodologia experimental é: calibrar o padrão de transferência no Laboratório de Pirometria (Lapir) do Inmetro e, em seguida, efetuar as medições de temperatura no objeto da calibração.

Para explicitar a metodologia experimental, primeiro será descrito a infraestrutura de calibração do Laboratório de Pirometria (Lapir) do Inmetro e como se realizam calibrações de termômetros de radiação infravermelha. Em seguida, será descrita a calibração do "objeto da calibração" na INB.

3.4.1.Calibração de Termômetros de Radiação Infravermelha no Inmetro

O Laboratório de Pirometria (Lapir)[16] possui a melhor infraestrutura do Brasil para realizar a calibração de sensores de temperatura por radiação infravermelha que operam acima de 100°C.

Para realizar os serviços de calibração o Laboratório de Pirometria, conta com o engenheiro mecânico, MSc. Renato Nunes Teixeira, pertence à Divisão de Metrologia Térmica, gerenciada pelo físico, MSc. Paulo Roberto da Fonseca Santos.

Os principais equipamentos para realizar a calibração são:

3.4.1.1.Fontes de Radiação Eletromagnética

3.4.1.1.1.Cavidade de corpo negro de média temperatura

A faixa de operação deste equipamento é de 100°C a 1150°C, tendo como padrão de temperatura um termopar tipo S calibrado por pontos fixos no Laboratório de Temperatura (Later) do Inmetro, com uma incerteza de medição de 0,3°C. Sua cavidade de corpo negro possui um diâmetro de 50mm e uma profundidade de 430mm, o que possibilita que seja alcançado um valor de emissividade de 0,998.[16]

3.4.1.1.2.Cavidade de corpo negro de alta temperatura

A faixa de operação deste equipamento é de 1000°C a 1500°C, tendo como padrão de referência um termopar tipo B ou um termômetro de radiação. Caso uma maior exatidão seja necessária, o termômetro de radiação deve ser utilizado, uma vez que não existem pontos fixos intermediários entre o ponto de solidificação do cobre, 1084,62°C e o ponto de solidificação do paládio, 1553°C. Sua cavidade de corpo negro possui um diâmetro de 40mm e uma profundidade de 430mm, o que possibilita que seja alcançado um valor de emissividade de 0,998.[16]

3.4.1.2. Termômetros de radiação – Pirômetros

3.4.1.2.1.Pirômetro Padrão Primário

A faixa de operação deste equipamento é de 680°C até 3500°C, é o instrumento de mais alta qualidade metrológica disponível no Laboratório de Pirometria (Lapir), possui um sistema ótico que requer um tamanho mínimo de alvo de apenas 0,6mm, a uma distância de 400mm.[16]

3.4.1.3.Instrumento de Leitura de Tensão

3.4.1.3.1.Multímetro

Como instrumento de leitura dos sensores de temperatura por contato, como o termopar tipo S da cavidade de corpo negro de média temperatura, é utilizado um multímetro de 7 ½ dígitos, calibrado no laboratório da Divisão de Metrologia Elétrica do Inmetro. Este equipamento possui interface IEE488, possibilitando que as leituras sejam realizadas de modo automático, controladas pelo computador.[16]

3.4.2.Calibração do Padrão de Transferência

Devido à faixa de medição do objeto e para poder minimizar a incerteza de medição durante a calibração, esta foi dividida em duas etapas; a primeira foi realizada na cavidade de corpo negro de média temperatura e a segunda, na cavidade de corpo negro de alta temperatura.

A primeira etapa de calibração foi realizada na faixa de temperatura de 800°C a 1050°C, em intervalos de 50°C em 50°C utilizando como padrão de referência da cavidade de corpo negro, um termopar tipo S, com certificado de calibração número DIMCI 0433/2003 do Laboratório de Termometria – Later do Inmetro[Anexo 2].

Durante a calibração, primeiro, fixou-se o objeto, configurado no modo de operação 1C[18], em uma base que desliza sobre um trilho que possui uma escala milimetrada fixa o que permite posiciona-lo à distância de ± 1 m do fundo da cavidade de corpo negro. Esta base faz com que o eixo de simetria do objeto fique paralelo e coincidente ao eixo de simetria da cavidade de corpo negro, ver Fig.43.



Figura 43 – Esquema da calibração de termômetro de radiação infravermelha (Lapir).

Antes de iniciar a calibração, o objeto permaneceu energizado por no mínimo 15 minutos até atingir o regime permanente.

Para a calibração dos pontos da primeira etapa primeiro, ajustava-se o controlador do forno da cavidade de corpo negro para a temperatura nominal de calibração, por exemplo, 800°C. Assim que o forno indicava que tinha atingido a temperatura nominal de trabalho, efetuava-se a leitura da tensão que o padrão de referência fornecia através de Multímetro HP 3457 A com certificado de calibração número DIMCI 0808/2003 do Laboratório de Tensão e Corrente Elétrica – Latce do Inmetro[Anexo 3], esta leitura era feita de forma automática com o auxílio de um microcomputador com placa A/D e um software específico para aquisição de dados desenvolvido no Lapir. Este software realizava a conversão da tensão [mV] em temperatura [°C] utilizando o polinômio interpolador fornecido no certificado de calibração descrito acima.

A calibração somente era realizada quando a diferença de temperatura indicada pelo padrão de referência não fosse maior que 0,1°C em um intervalo de tempo de 5min, isto para garantir que a cavidade de corpo negro estava isotérmica. Com esta condição satisfeita, realizava-se 10 leituras no padrão de referência, e dez leituras no objeto com intervalos de 10s entre cada leitura.

A segunda etapa de calibração foi realizada na faixa de temperatura de 1100°C a 1500°C, em intervalos de 50°C em 50°C utilizando como padrão de referência da cavidade de corpo negro, um pirômetro infravermelho, com certificado de calibração número PM06/RN99/005 do National Physical Laboratory da Inglaterra[Anexo 4].

Da mesma forma que na primeira etapa de calibração, o objeto foi fixado na base, posicionado a uma distância de ±1m do fundo da cavidade de corpo negro e alinhado ao seu eixo de simetria, ver Fig.43.

Para calibração dos pontos da segunda etapa primeiro ajustava-se o controlador do forno da cavidade de corpo negro para a temperatura nominal de calibração, por exemplo, 1100°C. Assim que o forno indicava que tinha atingido a temperatura nominal de trabalho, efetuava-se a leitura da temperatura da cavidade de corpo negro com o objeto, a calibração somente era realizada quando a diferença de temperatura indicada pelo objeto não fosse maior que 1°C em um intervalo de tempo de 10min, isto para garantirmos que a cavidade de corpo negro estava isotérmica. Com esta condição satisfeita realizava-se dez leituras de temperatura com o objeto em intervalos de 10s entre cada leitura, logo a seguir retirava-se o objeto, para então, efetuar 10 leituras de temperatura em intervalos de 10s entre cada leitura.

Como melhor estimativa das leituras de temperatura feitas tanto com o objeto como com o padrão de referência nas duas etapas, foi considerada a média das 10 leituras de temperatura para cada ponto de calibração.

3.4.2.1.Principais fontes de incerteza na calibração do padrão de transferência

3.4.2.1.1.Padrão de referência da cavidade de corpo negro de média temperatura (*u*_{padrão média})

Parcela de incerteza de medição retirada do certificado de calibração número DIMCI 0433/2003 do Laboratório de Termometria – Later do Inmetro[Anexo 2].

3.4.2.1.2.Padrão de referência da cavidade de corpo negro de alta temperatura (*u_{padrão alta}*)

Parcela de incerteza de medição retirada do certificado de calibração número PM06/RN99/005 do National Physical Laboratory da Inglaterra[Anexo4].

3.4.2.1.3.Resolução do objeto (ures)

Parcela de incerteza de medição considerada igual a ±1°C com distribuição de probabilidade retangular.

3.4.2.1.4. Estabilidade da temperatura da cavidade de corpo negro $(u_{estabilidade})$.

Apesar da boa estabilidade de temperatura da cavidade de corpo negro de média temperatura (800°C a 1050°C), pois não varia 0,1°C em 5min. A parcela da contribuição de incerteza de medição devido à estabilidade de temperatura na cavidade de corpo negro será considerada igual a \pm 1°C com distribuição de probabilidade retangular, devido a não homogeneidade de temperatura no interior da cavidade de corpo negro de alta temperatura.

3.4.2.1.5.Distância focal do objeto (*u*focal)

A contribuição desta parcela de incerteza foi determinada posicionando-se o objeto a diferentes distâncias do fundo da cavidade de corpo negro, mantendo-o alinhado com o eixo de simetria da cavidade de corpo negro, ver Fig.43, então, verificava-se o quanto à indicação de temperatura feita pelo objeto variava.

Devido às características técnicas do objeto, dentre as quais a sua distância de foco obedecer à razão 1:82, a parcela de incerteza de medição devido à distância focal foi considerada igual a $\pm 1^{\circ}$ C com distribuição de probabilidade retangular.

3.4.2.1.6. Multímetro utilizado nas medições de tensão do padrão de referência da cavidade de corpo negro de média temperatura $(u_{multímetro})$

Esta parcela de incerteza de medição foi estimada como sendo de $\pm 0,1$ °C com distribuição de probabilidade normal, apesar de que a incerteza de medição de leitura de tensão para a faixa de tensão gerada pelo padrão de referência relatada em seu certificado de calibração número DIMCI 0808/2003 do Laboratório de Tensão e Corrente Elétrica – Latce do Inmetro[Anexo 3], não chegue a este valor.

3.4.2.2.Incerteza de medição para a calibração do padrão de transferência(*u*_{calibração}) no Laboratório de Pirometria (Lapir)

Para determinar a incerteza de medição na calibração do padrão de transferência deve-se considerar a combinação entre a incerteza de medição do padrão de referência da cavidade de corpo negro ($u_{padrão média}$ e $u_{padrão alta}$), a resolução do padrão de transferência (u_{res}) considerando uma distribuição de probabilidade retangular, a estabilidade da temperatura da cavidade de corpo negro ($u_{estabilidade}$), a contribuição parcela de incerteza devido à distância focal (u_{focal}), a incerteza de medição do multímetro utilizado nas medições de tensão do padrão de referência da cavidade de corpo negro de média temperatura ($u_{multímetro}$) e a incerteza devido à repetitividade (incerteza tipo A) da medição de temperatura do interior da cavidade de corpo negro (u_A), considerando as grandezas independentes e não correlacionadas. Tem-se que:

Para a primeira e a segunda etapa, respectivamente, tem-se que:

$$u_{calibração}^{2} = u_{padrão\ média}^{2} + u_{res}^{2} + u_{estabilidade}^{2} + u_{focal}^{2} + u_{multímetro}^{2} + u_{A}^{2}$$
(28)

$$u_{calibração}^2 = u_{padrão alta}^2 + u_{res}^2 + u_{estabilidade}^2 + u_{focal}^2 + u_A^2$$
(29)

3.4.3. Medição do "Objeto da Calibração" na INB

O objeto da calibração é o sensor de temperatura do forno de sinterização da INB, um termopar tipo C (W5%-Re/W25%-Re) acoplado a um controlador /indicador de temperatura digital.

O forno de sinterização possui três sensores de temperatura e três janelas de inspeção com um vidro de 5mm de espessura por onde são realizadas as leituras de temperatura do interior do forno com o auxílio de um termômetro de radiação infravermelha, no caso, o padrão de transferência calibrado.

Devido ao fato da existência de um vidro na janela de inspeção do forno de sinterização, a radiação térmica que chega ao padrão de transferência é atenuada devido à propriedade de transmissividade do vidro na faixa espectral de operação do padrão de transferência. Isto gera um erro sistemático na leitura da temperatura fornecida pelo padrão de transferência durante a sua utilização, este erro pode ser determinado experimentalmente[19] ou numericamente, conhecendo-se a forma de operação do padrão de transferência.

Como não foi possível retirar o vidro da janela de inspeção do forno de sinterização da INB durante o período de calibração no Laboratório de Pirometria do Inmetro (Lapir), a solução para se determinar o erro sistemático na leitura de temperatura fornecida pelo padrão de transferência foi determinar-se numericamente o erro.

3.4.3.1.Procedimento de calibração

Primeiro, fixou-se o padrão de transferência calibrado (termômetro de radiação infravermelho) em uma base acoplada a um tripé que possui além de ajustes de altura, inclinação e rotação, um nível de bolha que permite alinhar o padrão de transferência de forma que seu eixo de simetria fique paralelo e coincidente com o eixo de simetria da janela de inspeção. O padrão de transferência foi posicionado faceando o vidro da janela de inspeção, o que permite posicioná-lo a uma distância de 660mm da superfície emissora de radiação térmica, a naveta com pastilhas de dióxido de urânio, ver Fig.44.

Na posição diametralmente oposta ao padrão de transferência fica a junção de referência do termopar tipo C (objeto da calibração), a esta junção foram acoplados dois cabos de compensação para o respectivo termopar ligados a um multímetro digital HP 3468A de 5 ¹/₂ dígitos e com certificado de calibração número EL-0673/03 do Instituto Fluminense de Metrologia (IFM)[Anexo 5].

A junção do termopar tipo C, no interior do forno de sinterização fica praticamente faceando o tijolo refratário do canal por onde passam as navetas.

Por não ser possível a colocação da junção de referência em um banho de gelo[20], a medição de temperatura da junção de referência do termopar tipo C foi realizada com o auxílio de um termômetro de resistência com certificado de calibração número 49709 do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT)[Anexo 6].

Para medição do valor da resistência fornecido pela termoresistência utilizou-se o multímetro descrito anteriormente.



Figura 44 – Desenho esquemático da calibração do sensor de temperatura do forno de sinterização na INB.

Depois de todo o esquema de calibração montado, ver Fig.44 e mantido energizado por 15 minutos, a calibração foi realizada do seguinte modo para cada sensor de temperatura.

- A calibração foi realizada na temperatura de operação nominal do forno de sinterização já estabilizado a 1750°C durante 6 horas, conforme a leitura do padrão de transferência.
- Fazia-se a leitura com o padrão de transferência, configurado para o modo de operação em 2C[18] e com a emissividade ajustada para o valor de 1,000. A leitura somente foi iniciada quando a diferença de temperatura indicada pelo padrão de transferência não era maior que 1°C em um intervalo de tempo de 10 min, isto para garantir que o interior do forno estava isotérmico.
- Fazia-se a leitura de tensão fornecida pelo termopar tipo C no multímetro HP 3468A.
- Fazia-se a leitura de resistência fornecida pela termoresistência no multímetro HP 3468A, mantido em contato direto com a junção de referência.

Este procedimento foi realizado dez vezes, com um intervalo de tempo de 5 minutos entre cada leitura.

Como melhor estimativa das leituras de temperatura, de tensão e de resistência, foi considerada a média das 10 leituras realizadas.

3.4.3.2.Principais fontes de incerteza na calibração do sensor de temperatura do forno de sinterização

3.4.3.2.1.Incerteza de medição do padrão de transferência($u_{medição}$) ao efetuar a leitura de temperatura através do vidro da janela de inspeção do forno de sinterização

Para determinar a incerteza de medição do padrão de transferência $(u_{medição})$ para medir a temperatura da naveta no canal do forno de sinterização deve-se considerar a combinação entre a incerteza de medição obtida na calibração até 1500°C ($u_{calibração}$), a resolução do padrão de transferência (u_{res}) considerando uma distribuição de probabilidade retangular, a incerteza de medição ao se utilizar o polinômio interpolador para os resultados experimentais da calibração obtido pelo método dos mínimos quadrados (u_{ajuste}), a incerteza devido à repetitividade (incerteza tipo A) da medição de temperatura do interior do canal do forno de sinterização (u_A) e a incerteza de medição devido à existência de um vidro na janela de inspeção no forno de sinterização (u_{vidro}), considerando as grandezas independentes e não correlacionadas. Tem-se que:

$$u_{medição}^{2} = u_{calibração}^{2} + u_{ajuste}^{2} + \left[\frac{\partial y}{\partial x} \cdot \left(u_{res} + u_{A}\right)\right]^{2} + u_{vidro}^{2}$$
(30)

$$u_{ajuste}^{2} = \frac{1}{n-g-1} \cdot \sum_{i=1}^{n} [y_{i} - (a \cdot x + b)]^{2}$$
(31)

$$y = a.x + b \tag{32}$$

onde, y_i é o valor verdadeiro convencional de temperatura durante a calibração, n é o número de dados experimentais e g o grau do polinômio interpolador.

$$\frac{\partial y}{\partial x} = a \tag{33}$$

3.4.3.2.2.Vidro da janela de inspeção do forno de sinterização(uvidro)

Antes de determinar a incerteza de medição devido à existência de um vidro na janela de inspeção no forno de sinterização, primeiro deve-se determinar o erro sistemático ao se realizar a medição de temperatura com o padrão de transferência através do vidro da janela de inspeção.

3.4.3.2.2.1.Procedimento para determinação do erro sistemático devido ao vidro da janela de inspeção

(a) Durante o procedimento de calibração do padrão de transferência no laboratório Lapir do Inmetro (item 3.4.2) e em cada ponto de calibração colocouse entre o padrão de transferência e a cavidade de corpo negro um vidro temperado com espessura de 2mm. Foi-se então determinado o erro de leitura, a incerteza de medição(item 3.4.2.2) e o polinômio interpolador obtido pelo método dos mínimos quadrados para o padrão de transferência em seu modo de operação que fornece a temperatura pelo cálculo da razão entre duas faixas espectrais ($2C - 0,75\mu$ m a 1,1 μ m e 0,95 μ m a 1,1 μ m)[18].

(b) Após este procedimento, fez-se a medição de transmissividade do vidro temperado com espessura de 2mm e, também, do vidro utilizado em uma das janelas de inspeção do forno de sinterização, que possui 5mm.

A transmissividade foi determinada para ambos os vidros utilizando-se um espectrômetro - Spectometer Lamda 19 – Perkin Elmer[21]. Este possui comunicação serial para computador pessoal permitindo a aquisição automática dos resultados através do software UV-WinLab – Perkin Elmer. O procedimento para medição de transmissividade para as amostras de vidro, com o espectrômetro mantido energizado por 15 minutos, foi:

- Configurou-se o software de aquisição de dados para a faixa de operação do padrão de transferência, 0,75µm a 1,1µm, com incremento de comprimento de onda de 0,002µm e no modo de leitura de transmissividade.
- Efetuou-se o procedimento de leitura do padrão. Devido ao fato de que o espectrômetro operar através da comparação com um padrão, deixou-se apenas que o espectrômetro realiza-se a leitura do padrão sem nenhum objeto colocado em seu interior.

Colocou-se a amostra de vidro no espectrômetro e iniciou-se a leitura de transmissividade.

Todo o procedimento para a medição de transmissividade foi realizado três vezes para cada amostra de vidro e como melhor estimativa para o valor medido de transmissividade foi considerada a média das 3 leituras.

(c) Com os resultados experimentais da medição de transmissividade para o vidro utilizado na calibração e para o vidro do forno de sinterização (item (b)), construiu-se dois gráficos onde na ordenada esta o valor de transmissividade e na abscissa o comprimento de onda da radiação eletromagnética que atravessa o vidro. Com estes resultados determinou-se pelo método dos mínimos quadrados o polinômio que melhor se ajusta aos resultados experimentais.

(d) Para os valores verdadeiros convencionais de temperatura da calibração no Lapir (item 3.4.2), determinou-se numericamente a potência emissiva hemisférica total recebida pelo pirômetro em cada uma das faixas espectrais de operação do padrão de transferência no modo 2C.

A potência emissiva hemisférica total de um corpo negro (E_b) pode ser expressa como:

$$J_{b} = E_{b} = \int_{0}^{\infty} \frac{c_{I} \cdot \lambda^{-5}}{exp\left[\frac{c_{2}}{\lambda \cdot T}\right] - 1} d\lambda$$
(6)

determinando numericamente esta integral chegou-se à seguinte expressão:

$$E_b = \sigma T^4 \tag{7}$$

onde σ é a constante de Stefan e Boltzmann e seu valor numérico é considerado igual a: σ =5,6697x10⁻⁸W/m².K⁴ e c_1 ; c_2 são conhecidas como primeira e segunda constante de radiação, e são iguais a: c_1 =3,7413x10⁸W.µm⁴/m² e c_2 =1,43883x10⁴µm.K.

81

A potência emissiva hemisférica total é definida para todos os comprimentos de onda, mas para se determinar a potência emissiva em uma determinada faixa de comprimento de onda finito utiliza-se a *função de radiação* que é definida como:

$$E_{b}(0-\lambda_{1}\cdot T) = \int_{0}^{\lambda_{1}} \frac{c_{I}.\lambda^{-5}}{exp\left[\frac{c_{2}}{\lambda\cdot T}\right] - I} d\lambda$$
(34)

Para se determinar a potência emissiva hemisférica em uma determinada faixa de comprimento de onda finito $\lambda_1 - \lambda_2$, basta determinar:

$$\int_{\lambda_{l}}^{\lambda_{2}} \frac{c_{l} \cdot \lambda^{-5}}{exp\left[\frac{c_{2}}{\lambda \cdot T}\right] - I} d\lambda = E_{b}(0 - \lambda_{2} \cdot T) - E_{b}(0 - \lambda_{1} \cdot T)$$
(35)

As funções de radiação são tabeladas em diversas literaturas técnicas e nesta dissertação utilizou-se a função de radiação da referência bibliográfica[21].

Conforme a seguinte equação para λ .T<0,0042 m.K:

$$E_{b}(0-\lambda \cdot T) \cong \frac{15}{\pi^{4}} \cdot \left(u^{3} + 3 \cdot u^{2} + 6 \cdot u + 6\right) \cdot e^{-u}, \qquad (36)$$

onde:

$$u = \frac{c_2}{\lambda \cdot T} \,. \tag{37}$$

Com os resultados obtidos pela equação (36) para cada uma das faixas espectrais de operação do padrão de transferência no modo 2C pode-se construir um gráfico, onde a ordenada é o valor verdadeiro convencional de temperatura e na abscissa o valor da razão entre as potências emissivas hemisféricas recebidas pelo padrão de transferência em cada uma das faixas espectrais de operação do padrão. Com estes resultados determinou-se pelo método dos mínimos quadrados o polinômio que melhor se ajusta aos resultados calculados.

(e) Com os resultados obtidos no item (c) calculou-se a atenuação na potência emissiva hemisférica recebida pelo padrão de transferência em suas duas faixas de operação, do seguinte modo:

subdividiu-se a faixa espectral de operação (0,75µm a 1,1µm) do padrão de transferência em mil partes iguais;

$$d\lambda = \frac{(1.1-0.75)}{1000} \therefore d\lambda = 0,00035\,\mu m\,, \tag{38}$$

calculou-se a atenuação na radiação eletromagnética emitida pela cavidade de corpo negro em cada incremento de comprimento de onda (*dλ*) recebida pelo padrão de transferência para cada temperatura de calibração do padrão de transferência com a seguinte equação

$$J_{b,\lambda} = \tau_{d\lambda} \times \frac{c_1 \cdot \lambda^{-5}}{exp\left[\frac{c_2}{\lambda \cdot T}\right] - I} d\lambda, \qquad (39)$$

onde $\tau_{d\lambda}$ é o respectivo valor de transmissividade para cada incremento de comprimento de onda ($d\lambda$) de acordo com o polinômio obtido no item (c);

com estes resultados, determinou-se potência emissiva hemisférica recebida pelo padrão de transferência integrando a equação (39) pelo método do trapézio[23] para cada temperatura de calibração nas duas faixas espectrais de operação, modo 2C (0,75µm a 1,1µm e 0,95µm a 1,1µm); finalizando, calculou-se a razão entre estas potências emissivas hemisféricas atenuadas e, utilizando o polinômio interpolador (item (d)), determinou-se o erro sistemático na leitura do padrão de transferência para o vidro do forno de sinterização de 5mm.

3.4.3.2.2.2.Validação do procedimento para determinação do erro sistemático devido ao vidro da janela de inspeção

A validação do procedimento (item 3.4.3.2.2.1) será feita pela comparação entre os resultados obtidos numericamente e os resultados experimentais da calibração do padrão de transferência com o vidro temperado comum com espessura de 2mm.

O resultado da validação será considerado satisfatório se a diferença entre o resultado experimental ($R_{experimental}$) e o valor determinado numericamente ($R_{numérico}$) for menor ou igual a 0,2% do resultado experimental na calibração ($R_{experimental}$).

$$\left| R_{\exp erimental} - R_{numérico} \right| \le 0,002 \times R_{experimental}$$
(40)

3.4.3.2.2.3.Incerteza de medição devido à presença do vidro(uvidro)

A parcela de incerteza de medição devido à presença do vidro será considerada a combinação entre a incerteza de medição de transmissividade do espectrômetro, conforme o seu manual de operação[21], com distribuição retangular ($u_{espectrômetro}$), a incerteza de medição ao se utilizar o polinômio interpolador obtido dos resultados experimentais da medição de transmissividade do vidro do forno com espessura de 5mm obtido pelo método dos mínimos quadrados (u_{ajuste}), a resolução do espectrômetro para a medição de transmissividade, com distribuição retangular (u_{res}) e a incerteza devido à repetitividade (incerteza tipo A) da medição de transmissividade do vidro do forno quadrados se tipo A) da medição de transmissividade. Tem-se que:

$$u_{vidro}^{2} = u_{espectrómetro}^{2} + u_{ajuste}^{2} + \left[\frac{\partial y}{\partial x} \cdot \left(u_{res} + u_{A}\right)\right]^{2}, \qquad (41)$$

sendo que:

$$u_{ajuste}^{2} = \frac{l}{n-g-l} \cdot \sum_{i=l}^{n} \left[y_{i} - \left(-a \cdot x^{6} + b \cdot x^{5} - c \cdot x^{4} + d \cdot x^{3} - e \cdot x^{2} + f \cdot x - g \right) \right]^{2} (42)$$

onde:

$$y = -a \cdot x^{6} + b \cdot x^{5} - c \cdot x^{4} + d \cdot x^{3} - e \cdot x^{2} + f \cdot x - g, \qquad (43)$$

onde, y_i é a média dos valores medidos de transmissividade, n é o número de dados experimentais e g o grau do polinômio interpolador.

$$\frac{\partial y}{\partial x} = -6 \cdot a \cdot x^5 + 5 \cdot b \cdot x^4 - 4 \cdot c \cdot x^3 + 3 \cdot d \cdot x^2 - 2 \cdot e \cdot x + f , \qquad (44)$$

Devido ao fato de que n=175, considerou-se para o cálculo da equação (41) o maior valor obtido no cálculo da equação(44) e na incerteza devido à repetitividade (u_A).

Para determinar a contribuição de incerteza de medição em graus Celsius devido à presença do vidro na janela de inspeção, acrescentou-se ao valor determinado numericamente para a razão entre as potência hemisféricas atenuada devido à presença do vidro da janela de inspeção de forno de sinterização (item 3.4.3.2.2.1 letra (e)) para a temperatura de 1750°C o valor de incerteza de medição percentual para a medição devido à presença do vidro na janela de inspeção (equação (41)) e utilizando o polinômio interpolador (item 3.4.3.2.2.1 letra (a)), determinou-se um valor de temperatura.

A diferença de temperatura entre este acréscimo e o valor determinado numericamente para a razão entre a potência hemisférica atenuada devido à presença do vidro do forno de sinterização para a temperatura de 1750°C será considerada a incerteza de medição em graus Celsius devido à presença do vidro na janela de inspeção.

3.4.3.2.3.Estabilidade da temperatura no interior do forno de sinterização(*u_{estabilidade}*)

Devido ao fato de que o forno de sinterização ser controlado através de um sistema eletrônico, isto faz com que a temperatura em seu interior oscile entre o valor nominal de operação de forma senoidal.

Para estimar a contribuição desta parcela de incerteza, monitorou-se a leitura do padrão de transferência durante 2 horas e a maior diferença de temperatura obtida no monitoramento, será considerada a incerteza de medição desta contribuição com distribuição de probabilidade retangular.

3.4.3.2.4.Considerar que o interior do canal do forno de sinterização aproxima-se do comportamento ideal de uma cavidade de corpo negro $(u_{corpo negro})$

A transferência de calor por radiação entre toda a superfície do canal do forno de sinterização e o padrão de transferência pode ser determinada através da metodologia do circuito elétrico analógico de radiação[22], para isto algumas hipóteses devem ser feitas para simplificar o cálculo, que são: (i) todas as superfícies no interior do canal de sinterização são difusas; (ii) todas as superfícies possuem a mesma temperatura; (iii) a refletividade e a emissividade de todas as superfícies são constantes.

O desenho esquemático para análise de transferência de calor por radiação, ver Fig. 45, para a janela de inspeção do circuito 1 do canal da zona de sinterização, pois esta é a menor configuração dentro da simetria do interior do canal da zona de sinterização.





Pela analogia com o circuito elétrico de radiação[22], ver Fig.46, tem-se que:



Figura 46 - Circuito elétrico de transferência de calor por radiação

Onde:

 $q_{A \rightarrow B}$; é a transferência de calor por radiação entre A e B.

 σ ; é a constante de Stefan-Boltzmann = 5,6697x10⁻⁸W/m².K⁴

 F_{12} ; é o fator de forma da fração de energia que deixa a superfície 1 e atinge a superfície 2.

 A_2 , T_2 ; ε_2 ; é a área, a temperatura e a emissividade do interior do canal de sinterização.

 A_1 , T_∞ ; ϵ_1 ; é a área, a temperatura e a emissividade da superfície do padrão de transferência.

Para simplificação do problema, considera-se que toda a superfície do interior do canal da zona de sinterização, ver Fig.47, possui a mesma emissividade (ϵ_2) e mesma temperatura (T₂), e que a superfície (A₁) por onde toda a radiação térmica do interior do canal da zona de sinterização saí e atinge o padrão de transferência possui emissividade (ϵ_1) igual a 1. E pela relação de reciprocidade, tem-se que A₁.F₂₁ = A₂.F₁₂ e que F₂₁, o fator de forma da superfície, A₂, onde a fração de energia que deixa a superfície 2 e atinge 1 é igual a 1, então:



Figura 47 – Circuito elétrico de transferência de calor por radiação simplificado.

$$\mathbf{q}_{1\to2} = \frac{\boldsymbol{\sigma}\cdot\boldsymbol{T}_2^4 - \boldsymbol{\sigma}\cdot\boldsymbol{T}_{\infty}^4}{\frac{1-\varepsilon_2}{\varepsilon_2\cdot\boldsymbol{A}_2} + \frac{1}{A_1}} \therefore \mathbf{q}_{1\to2} = \frac{\boldsymbol{\sigma}\cdot\boldsymbol{T}_2^4 - \boldsymbol{\sigma}\cdot\boldsymbol{T}_{\infty}^4}{\frac{1-\varepsilon_2}{\varepsilon_2}\cdot\frac{A_1}{A_2} + 1} \therefore \mathbf{q}_{1\to2} = \frac{\boldsymbol{\sigma}\cdot\left(\boldsymbol{T}_2^4 - \boldsymbol{T}_{\infty}^4\right)}{\varepsilon_{efetiva}} \tag{45}$$

Para que a transferência de calor por radiação $q_{A\to B}$ seja independente da emissividade da superfície interna do canal de sinterização, o termo definido como emissividade efetiva $\varepsilon_{efetiva}$ deve tender ao valor numérico 1.

A parcela de incerteza de medição devido a esta consideração será estimada experimentalmente da seguinte forma, durante a calibração do sensor de temperatura do forno de sinterização estabilizado em sua temperatura de operação, variou-se a configuração de emissividade do padrão de transferência em $\pm 0,002$ a diferença máxima de leitura obtida será a parcela de incerteza ($u_{corpo negro}$).

3.4.3.2.5. Medição da tensão gerada pelo sensor de temperatura do forno de sinterização $(u_{medição tensão})$

Para determinar a incerteza de medição ao se realizar a medição de tensão gerada pelo sensor de temperatura ($u_{medição tensão}$) com o auxílio de um multímetro digital HP 3468A de 5 $\frac{1}{2}$ dígitos deve-se considerar a combinação entre a incerteza de medição obtida na calibração do multímetro, conforme certificado de calibração[Anexo 5] (u_p), a resolução do multímetro digital (u_{res}) considerando uma distribuição de probabilidade retangular e a incerteza devido à repetitividade (incerteza tipo A) da medição de tensão (u_A), considerando as grandezas de independentes e não correlacionadas. O resultado será apresentado em graus Celsius[°C], utilizando como tabela de conversão a norma ASTM E-988[24]. Tem-se que:

$$u_{medição \ tensão}^2 = u_p^2 + u_{res}^2 + u_A^2 :$$
(46)

3.4.3.2.6.Medição da temperatura da junção de referência do sensor de temperatura(*u_{medição junção}*)

Para determinar a incerteza de medição ao se realizar a medição da temperatura da junção de referência do sensor de temperatura ($u_{medição junção}$) com o auxílio de uma termoresistência de contato e do multímetro HP 3468A de 5 ¹/₂ dígitos, deve-se considerar a combinação entre a incerteza de medição da termoresistência de contato obtida na calibração, conforme certificado de calibração[Anexo 6](u_{termo}), a incerteza de medição obtida na calibração do multímetro, conforme certificado de calibração[Anexo 7](u_{multi}), a resolução do multímetro (u_{res}) considerando uma distribuição de probabilidade retangular e a repetitividade dos resultados de medição de resistência fornecido pelo termômetro de resistência (u_A) com o auxílio de um multímetro digital, considerando as grandezas de independentes e não correlacionadas. O resultado será apresentado em graus Celsius[°C], utilizando certificado de calibração[Anexo 6]. Tem-se que:

$$u_{medição junção}^{2} = u_{termo}^{2} + u_{multi}^{2} + u_{res}^{2} + u_{A}^{2}, \qquad (47)$$

3.4.4.Incerteza de medição para a calibração do sensor de temperatura do forno de sinterização "objeto da calibração" ($u_{objeto \ da}$ calibração) na INB

Para determinar a incerteza de medição para calibração do sensor de temperatura do forno de sinterização deve-se considerar a combinação entre a incerteza de medição do padrão de transferência $(u_{medição})$ para medir a temperatura da naveta no canal do forno de sinterização, a estabilidade da temperatura no interior do forno de sinterização $(u_{estabilidade})$ considerando uma distribuição de probabilidade retangular, a presença de um vidro na janela de inspeção do forno de sinterização (u_{vidro}) , a incerteza de se considerar que o interior do canal do forno de sinterização aproxima-se do comportamento ideal de uma cavidade de corpo negro $(u_{corpo negro})$, a incerteza de medição para a leitura da tensão gerada pelo sensor de temperatura do forno de sinterização $(u_{medição tensão})$ e a incerteza de medição para a leitura da temperatura do sensor de temperatura da temperatura da junção de referência do sensor de temperatura da temperatura da junção de referência do sensor de temperatura.

 $u_{objeto\ da\ calibração}^{2} = u_{medição}^{2} + u_{estabilidade}^{2} + u_{corpo\ negro}^{2} + u_{medição\ tensão}^{2} + u_{medição\ junção}^{2}$ (48)