

## **AValiação DE TERMOPARES OURO-PLATINA NO INMETRO**

*Slavolhub G. Petkovic<sup>1</sup>, Rodrigo da Silva<sup>2</sup>, Hamilton D. Vieira<sup>1</sup>, Klaus N. Quelhas<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> Inmetro, Duque de Caxias, Brasil

<sup>2</sup> Consistec, São Paulo, Brasil

### **RESUMO:**

Dando continuidade ao trabalho em parceria com a empresa Consistec, iniciado no projeto Tcal 1500, foi construído no Inmetro um segundo termopar de ouro-platina (Au/Pt), empregando um fio de ouro com 99,999% de pureza e um fio de platina com 99,998% de pureza. Em uma fase inicial, Inmetro e Consistec fizeram um termopar Au/Pt utilizando um tubo capilar cerâmico e um tubo de proteção de quartzo importados e de elevada pureza. Esses tubos são os mesmos empregados em termopares Au/Pt importados, que reproduzem os resultados do termopar desenvolvido por McLaren e Murdock nos anos 80, o qual tornou-se referência no assunto.

Os resultados alcançados com o primeiro termopar Au/Pt construído já foram publicados e revelaram um padrão estável, porém com uma força eletromotriz mais baixa que o termopar de referência, principalmente por causa do fio de platina que não era tão puro como o fio de ouro.

Nesse segundo termopar, os fios empregados são de pureza idêntica ao primeiro, sendo que a única diferença na construção foi o tubo capilar cerâmico utilizado. Essa troca deveu-se ao fato de que esse tubo é o mesmo utilizado na fabricação, pela Consistec, nos termopares tipos R, S e B, que, por possuir um diâmetro menor, possibilita a confecção de termopares mais finos. Os resultados obtidos nas calibrações desse segundo termopar revelaram forças eletromotrizas mais baixas que o primeiro, indicando que houve uma provável contaminação dos fios.

Os padrões, os instrumentos empregados e os resultados obtidos nas calibrações, bem como a comparação com os resultados de outros termopares Au/Pt são apresentados neste trabalho.

**Palavras chave:** termopar, padrão, calibração.

## **INTRODUÇÃO**

Termopares de ouro-platina são os que apresentam as menores incertezas na faixa de 0°C a 1000°C. Quando McLaren e Murdock publicaram um trabalho em 1987 [1], sobre a construção e avaliação desse artefato, eles estimaram sua incerteza em torno de  $\pm 0,01^\circ\text{C}$ . Na ocasião, eles já sabiam que esse tipo de termopar não seria adotado como um padrão de interpolação da Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90) [2,3], porém chamavam a atenção para a reprodutibilidade de suas medições, indicando-o como um padrão alternativo ao termômetro padrão de resistência de platina de alta temperatura, por conta de seu preço e facilidade de operação.

O termopar Au/Pt, por se utilizar de fios de metais nobres puros (preferencialmente com 99,999% de pureza), está sujeito a modificar seu desempenho por causa das contaminações dos fios. Tais contaminações podem ocorrer tanto no processo de fabricação quanto durante sua utilização. Isso será melhor ilustrado adiante, quando forem apresentados os resultados dos cinco termopares Au/Pt estudados no trabalho, em que três deles são importados. Estes três últimos foram fabricados com fios de ouro e platina com cinco noves de pureza, sendo que todos os

cinco termopares foram calibrados por pontos fixos na faixa de 0°C a 1000°C.

## **METODOLOGIA DA CALIBRAÇÃO E INSTRUMENTOS**

Normalmente na calibração de termopares pelo método de pontos fixos, as medições são realizadas do ponto de temperatura mais elevada para o ponto de temperatura mais baixa. São empregados quatro pontos: o ponto de solidificação da prata (961,78°C), o ponto de solidificação da alumínio (660,323°C), o ponto de solidificação da zinco (419,527°C), e o ponto de solidificação da estanho (231,928°C). Segundo a EIT-90, as calibrações devem ser realizadas durante a solidificação dessas substâncias, mas como os termopares não têm muita sensibilidade para perceber as diferenças de temperatura entre a solidificação e fusão, as calibrações também podem ser feitas durante o processo de fusão. Pontos fixos auxiliares, como o ponto de solidificação do índio (156,5985°C) e o ponto de fusão do gálio (29,7646°C), podem ser utilizados nas calibrações para investigar a magnitude dos desvios, em relação à tabela de referência. Esses desvios influenciarão no ajuste da função de calibração encontrada para o termopar, aumentando a incerteza final da calibração. A metodologia

para calcular a função de ajuste da calibração de termopares está descrita em [4,5,6,11].

Os instrumentos utilizados nas medições das forças eletromotrizes (fems) são: um multímetro HP 3457A e o nanovoltímetro Keithley, modelo 182. Os dados são adquiridos automaticamente por um computador, através de um programa desenvolvido em linguagem Visual Basic.

A junta fria do termopar é mantida em gelo fundente, acondicionado em um vaso dewar, conforme está demonstrado na figura abaixo:

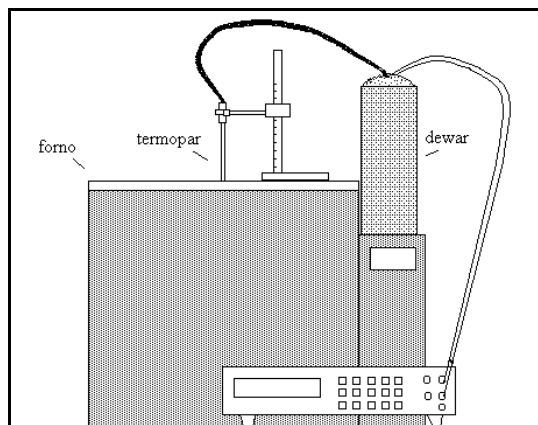


Figura 1: Esquema de medição de um termopar em uma célula de ponto fixo.

Os pontos fixos são realizados em fornos de três zonas e fornos com tubos de calor, com sódio, também denominados de heat-pipes.

As células de ponto fixo são do tipo seladas e os materiais de referência empregados na construção delas têm cinco noves de pureza (99,999% puros) ou mais.

Na figura abaixo, um gráfico de uma realização do ponto de fusão do índio.

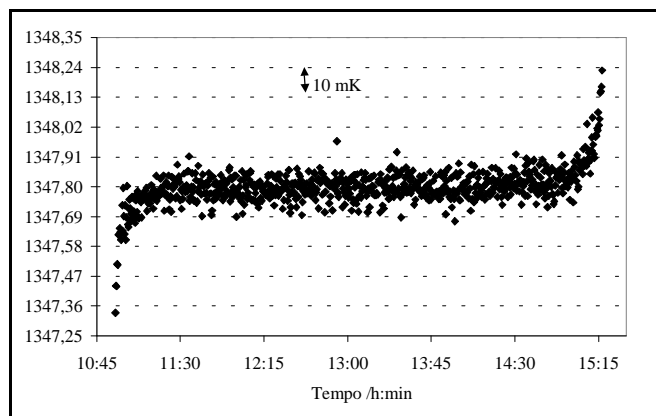


Figura 2: Gráfico da fusão no ponto do índio do termopar Au-Pt, INM 2003-02--- célula In46 (156,599°C). Valor medido da fem média = 1347,899 μV, em 30/03/2004.

### MONTAGEM DO TERMOPAR Au/Pt

O termopar de ouro-platina é montado em um tubo capilar cerâmico e protegido por um tubo de quartzo. A junta de medição proposta por McLaren e Murdock

apresenta uma mola de platina com fio de 0,1 mm de diâmetro, a fim de minimizar as variações de fem devido à diferença de dilatação entre os fios. O comprimento total dos fios de ouro e platina é de 1500 mm. Conforme foi mencionado no resumo, para os dois termopares construídos no Inmetro, o fio de ouro tem 99,999% de pureza e o de platina é 99,998% puro. A junta fria é formada pela união desses fios com fios de cobre, mantidos em tubos de vidro de 250 mm. Esse tipo de montagem é mostrado na figura 3.

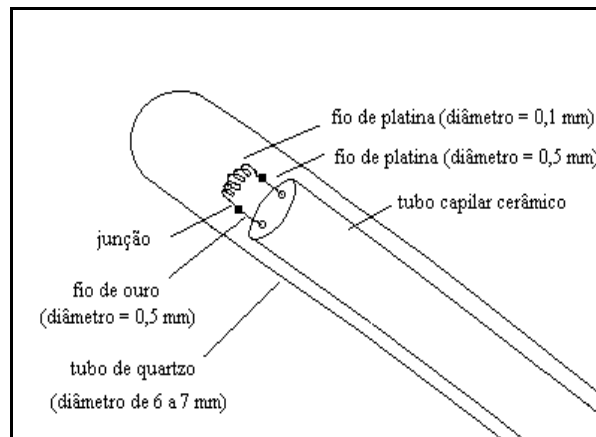


Figura 3: Montagem de um termopar de ouro-platina proposta por McLaren e Murdock.

Para compensar a ausência da mola de platina, os dois termopares construídos no Inmetro possuem o fio de ouro com uma curvatura de modo a atenuar a diferença de variação entre os fios. Esse tipo de montagem é mostrado na figura 4, idêntico ao primeiro termopar INM 2003-01 abordado em [7].

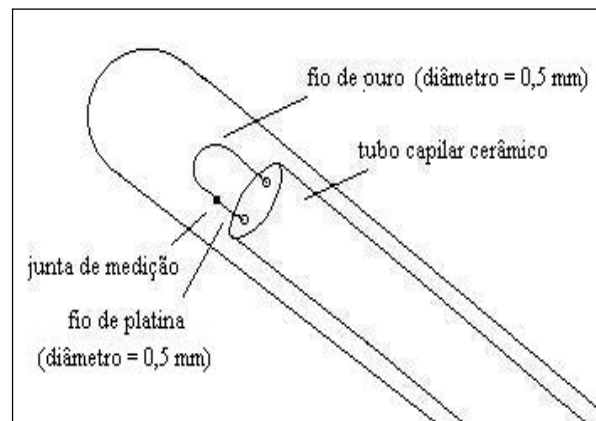


Figura 4: Montagem dos termopares ouro-platina INM 2003-01 e INM 2003-02, apresentados neste trabalho.

## RESULTADOS DO TERMOPAR INM 2003-02

O termopar INM 2003-02 foi calibrado nos pontos fixos da prata, alumínio, zinco, estanho, índio e gálio. Inicialmente, ele foi calibrado sucessivas vezes no ponto da prata, a fim de verificar a estabilidade da força eletromotriz.

**TABELA 1. Resultados das medições do termopar INM 2003-02, no ponto fixo da prata. A primeira medição, realizada em 11/08/03, mostra um valor bem acima da média (cerca de 3,5  $\mu\text{V}$ ). Ele foi descartado no cálculo do desvio padrão das medidas.**

Célula	Ponto	Data	Voltímetro	Fem med. / $\mu\text{V}$
Ag23	Fusão	11/08/03	HP 3457A	16106,248
Ag23	Solid.	11/08/03	HP 3457A	16104,871
Ag23	Fusão	12/08/03	HP 3457A	16104,900
Ag23	Fusão	13/08/03	HP 3457A	16104,567
Ag23	Solid.	13/08/03	HP 3457A	16104,877
Ag23	Solid.	14/08/03	HP 3457A	16104,533
Ag23	Solid.	14/08/03	HP 3457A	16104,378
Ag23	Solid.	15/08/03	HP 3457A	16104,475
Ag23	Solid.	16/10/03	Keithley 182	16103,686
Ag23	Solid.	11/11/03	HP 3457A	16103,942
Ag23	Solid.	08/01/04	HP 3457A	16102,605
Ag23	Fusão	16/03/04	HP 3457A	16103,312
Ag23	Solid.	16/03/04	HP 3457A	16103,146
Desvio Padrão / $\mu\text{V}$ =				0,764
Desvio Padrão / $^{\circ}\text{C}$ =				0,031

**TABELA 2. Resultados das medições do termopar INM 2003-02, no ponto fixo do alumínio.**

Célula	Ponto	Data	Voltímetro	Fem med. / $\mu\text{V}$
Al35	Fusão	20/10/03	Keithley 182	9308,116
Al35	Solid.	20/10/03	Keithley 182	9308,243
Al34	Fusão	12/11/03	HP 3457A	9308,823
Al35	Solid.	18/11/03	HP 3457A	9308,948
Al35	Solid.	20/01/04	HP 3457A	9308,515
Al34	Fusão	17/03/04	HP 3457A	9308,688
Desvio Padrão / $\mu\text{V}$ =				0,327
Desvio Padrão / $^{\circ}\text{C}$ =				0,016

**TABELA 3. Resultados das medições do termopar INM 2003-02, no ponto fixo do zinco.**

Célula	Ponto	Data	Voltímetro	Fem med. / $\mu\text{V}$
Zn33	Fusão	13/11/03	HP 3457A	4936,027
Zn33	Solid.	17/03/04	HP 3457A	4936,045
Desvio Padrão / $\mu\text{V}$ =				0,013
Desvio Padrão / $^{\circ}\text{C}$ =				0,001

**TABELA 4. Resultados das medições do termopar INM 2003-02, no ponto fixo do estanho.**

Célula	Ponto	Data	Voltímetro	Fem med. / $\mu\text{V}$
Sn32	Solid.	13/11/03	HP 3457A	2231,034
Sn32	Solid.	19/03/04	HP 3457A	2231,334
Desvio Padrão / $\mu\text{V}$ =				0,212
Desvio Padrão / $^{\circ}\text{C}$ =				0,017

**TABELA 5. Resultados das medições do termopar INM 2003-02, no ponto fixo do índio.**

Célula	Ponto	Data	Voltímetro	Fem med. / $\mu\text{V}$
In46	Solid.	03/03/04	HP 3457A	1347,627
In46	Fusão	29/03/04	HP 3457A	1347,646
In46	Solid.	30/03/04	HP 3457A	1347,699
Desvio Padrão / $\mu\text{V}$ =				0,037
Desvio Padrão / $^{\circ}\text{C}$ =				0,003

**TABELA 6. Resultados das medições do termopar INM 2003-02, no ponto fixo do gálio.**

Célula	Ponto	Data	Voltímetro	Fem med. / $\mu\text{V}$
16481-7	Fusão	14/11/03	HP 3457A	195,740
Ga45	Fusão	04/03/04	HP 3457A	196,193
Ga115	Fusão	30/03/04	HP 3457A	195,965
Ga45	Fusão	31/03/04	HP 3457A	196,106
Desvio Padrão / $\mu\text{V}$ =				0,198
Desvio Padrão / $^{\circ}\text{C}$ =				0,028

## AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DO TERMOPAR INM 2003-02 EM MEDIÇÕES NOS PONTOS FIXOS

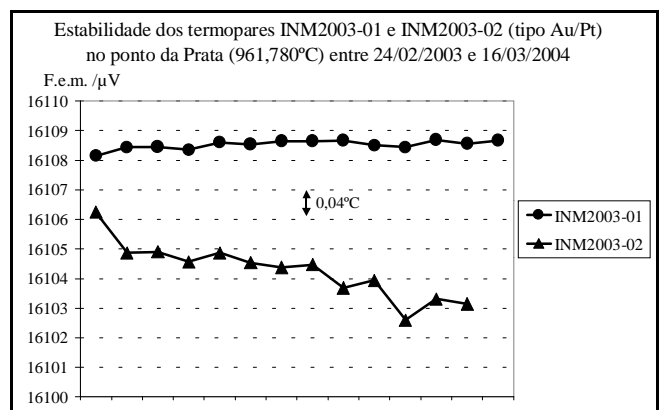


Figura 5 : Gráfico da estabilidade de fem dos termopares INM 2003-01 e INM 2003-02 no ponto da prata.

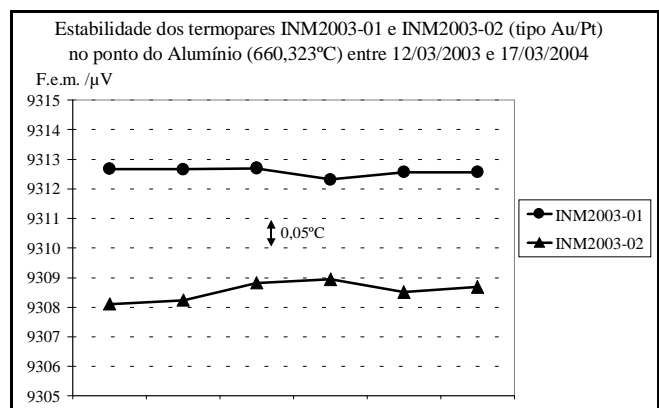


Figura 6 : Gráfico da estabilidade de fem dos termopares INM 2003-01 e INM 2003-02 no ponto do alumínio.

A estabilidade da força eletromotriz do termopar INM 2003-02 apresentou-se de forma diferente em relação ao primeiro termopar construído no Inmetro, o INM 2003-01. Medições realizadas no ponto da prata, durante os anos de 2003 e 2004, demonstram que, enquanto o termopar INM 2003-01 estabilizou-se rapidamente, o termopar INM 2003-02 vem registrando decréscimos de fem, e só nas duas últimas medições atingiu um valor de fem menor e aparentemente mais estável. Já no ponto do alumínio, essas variações da força eletromotriz não foram verificadas, até porque o termopar INM 2003-02 só começou a ser medido nesse ponto, após ele ter sido reconstruído.

## RESULTADOS DE CINCO TERMOPARES OURO-PLATINA

A seguir, são mostrados vários resultados de cinco termopares ouro-platina, todos calibrados por pontos fixos, no Inmetro e apenas dois nos fabricantes. Todos os termopares importados foram fabricados, segundo os fornecedores, com fios com cinco noves de pureza (99,999% puros). Os termopares Au/Pt #01 e Au/Pt #02 foram construídos pelo mesmo fabricante, empregando um idêntico tipo de montagem, isto é, usando a mola de platina proposta por McLaren e Murdock, os mesmos tubos de proteção de quartzo e capilares cerâmicos. Entretanto, como poderá ser observado, o primeiro termopar denominado Au/Pt #01, apresenta resultados bem próximos à tabela de referência (tanto na calibração realizada inicialmente pelo fabricante, quanto na calibração realizada no Inmetro, anos depois), o que não acontece com o termopar Au/Pt #02.

**TABELA 7. Resultados da calibração do termopar Au/Pt #01, realizada no fabricante. A segunda coluna mostra a fem medida pelo fabricante.**

<i>Termopar Au/Pt # 01</i>				
Temp. /°C	Fem med.fab./μV	fem ref /μV	Desvio /μV	Desvio /°C
231,928	2236,251	2236,184	0,067	0,005
419,527	4945,410	4945,627	-0,217	-0,013
660,323	9320,361	9320,441	-0,080	-0,004
961,780	16120,393	16120,495	-0,102	-0,004

**TABELA 8. Resultados da calibração do termopar Au/Pt #01, realizada no Inmetro. A segunda coluna mostra a fem medida pelo Inmetro.**

<i>Termopar Au/Pt # 01</i>				
Temp. /°C	fem med. INM./μV	fem ref /μV	Desvio /μV	Desvio /°C
231,928	2236,248	2236,184	0,064	0,005
419,527	4945,549	4945,627	-0,078	-0,005
660,323	9320,372	9320,441	-0,069	-0,003
961,780	16120,579	16120,495	0,084	0,003

**TABELA 9. Resultados da calibração do termopar Au/Pt #02, realizada no Inmetro.**

<i>Termopar Au/Pt # 02</i>				
Temp. /°C	fem med. INM./μV	fem ref /μV	Desvio /μV	Desvio /°C
29,7646	195,777	196,260	-0,483	-0,068
156,5985	1350,422	1350,942	-0,520	-0,048
231,928	2235,708	2236,184	-0,476	-0,038
419,527	4944,965	4945,627	-0,662	-0,041
660,323	9319,637	9320,441	-0,804	-0,040
961,780	16119,510	16120,495	-0,985	-0,039

**TABELA 10. Resultados da calibração do termopar Au/Pt #03, realizada no Inmetro.**

<i>Termopar Au/Pt # 03</i>				
Temp. /°C	fem med. INM./μV	fem ref /μV	Desvio /μV	Desvio /°C
29,7646	195,955	196,26	-0,305	-0,043
156,5985	1349,394	1350,942	-1,548	-0,143
231,928	2234,358	2236,184	-1,826	-0,145
419,527	4942,962	4945,627	-2,665	-0,165
660,323	9314,581	9320,441	-5,860	-0,291
961,780	16112,673	16120,495	-7,822	-0,314

**TABELA 11. Resultados da calibração do termopar Au/Pt #03, realizada no fabricante.**

<i>Termopar Au/Pt # 03</i>				
Temp. /°C	fem med.fab./μV	fem ref /μV	Desvio /μV	Desvio /°C
419,527	4940,90	4945,627	-4,727	-0,293
660,323	9314,09	9320,441	-6,351	-0,315
961,780	16112,48	16120,495	-8,015	-0,321

**TABELA 12. Resultados da calibração do termopar Au/Pt INM 2003-01, realizada no Inmetro.**

<i>Termopar Au/Pt INM 2003-01</i>				
Temp. /°C	fem med. INM./μV	fem ref /μV	Desvio /μV	Desvio /°C
29,7646	196,358	196,260	0,098	0,014
156,5985	1349,362	1350,942	-1,580	-0,145
231,928	2233,858	2236,184	-2,326	-0,185
419,527	4941,157	4945,627	-4,470	-0,277
660,323	9312,572	9320,441	-7,869	-0,391
961,780	16108,664	16120,495	-11,831	-0,474

**TABELA 13. Resultados da calibração do termopar Au/Pt INM 2003-02, realizada no Inmetro.**

<i>Termopar Au/Pt INM 2003-02</i>				
Temp. /°C	fem med. INM./μV	fem ref /μV	Desvio /μV	Desvio /°C
29,7646	196,106	196,260	-0,154	-0,022
156,5985	1347,699	1350,942	-3,243	-0,299
231,928	2231,334	2236,184	-4,850	-0,385
419,527	4936,045	4945,627	-9,582	-0,593
660,323	9308,688	9320,441	-11,753	-0,584
961,780	16103,146	16120,495	-17,349	-0,696

## DESVIOS DOS TERMOPARES EM RELAÇÃO À TABELA DE REFERÊNCIA

A partir das tabelas anteriores foram elaborados três gráficos comparativos: um, comparando os dois termopares importados de um mesmo fabricante; um segundo gráfico, contendo as curvas de desvios dos três termopares importados; e um último, com os desvios de todos os cinco termopares ouro-platina.

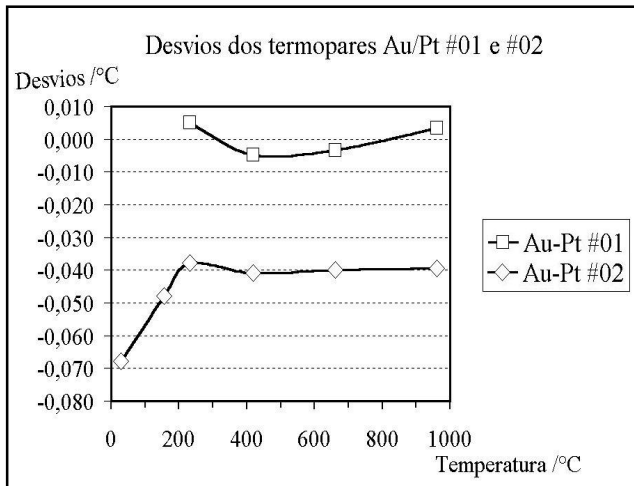


Figura 7: Gráfico com os desvios dos termopares Au/Pt #01 e Au/Pt #02.

Quando reunidos, os três gráficos de desvios dos termopares Au/Pt # 01, Au/Pt # 02 e Au/Pt # 03, em relação à tabela, mostram desvios bem distintos, conforme pode-se constatar na figura 8:

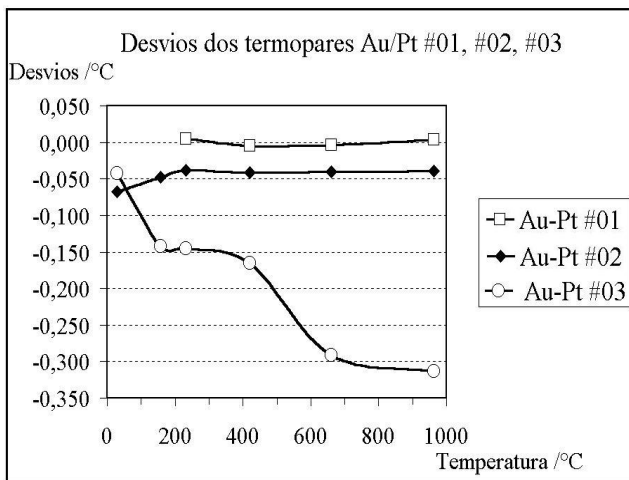


Figura 8: Gráfico com os desvios dos termopares Au/Pt #01 e Au/Pt #02 e AuPt #03.

Na figura seguinte, o gráfico apresenta os desvios dos cinco termopares em relação à curva de referência. Pode-se observar que o termopar INM 2003-02 é o que possui o maior desvio, seguido pelo termopar INM 2003-01 e depois pelo termopar importado Au/Pt # 03.

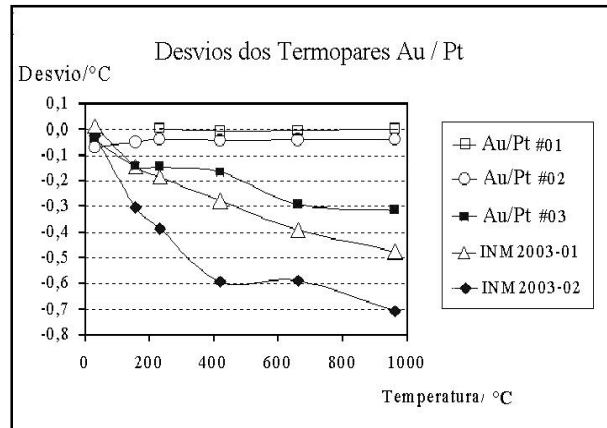


Figura 9: Gráfico com os desvios dos cinco termopares Au/Pt, descritos neste artigo.

## COMPARAÇÃO DAS CALIBRAÇÕES DOS TERMOPARES Au/Pt #01 e Au/Pt #03 REALIZADAS ENTRE O INMETRO E OS FABRICANTES.

Com o objetivo de estudar a reprodutibilidade dos termopares de ouro-platina envolvidos neste trabalho, foram realizadas comparações entre as calibrações realizadas nos fabricantes (ambos credenciados pelas redes oficiais de credenciamento de seus respectivos países) e o Inmetro. É visível tanto a melhor reprodutibilidade do termopar Au/Pt #01 (ver figura 10), quanto seus mínimos desvios, relatados na figura 7. Sua grande estabilidade de fem ao longo do tempo (cerca de 1500 horas de uso) encontra-se melhor detalhada em [8,9,10].

Os resultados encontrados estão expostos nos gráficos seguintes, em que se observa uma compatibilidade para a maioria das medições através das pequenas diferenças encontradas e pela cobertura dos resultados pelas incertezas expandidas (ver os gráficos de barras de incertezas assinaladas em torno dos pontos de medição)

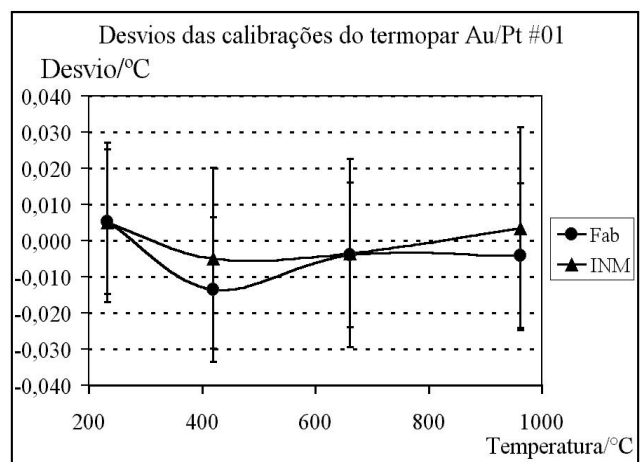


Figura 10: Gráfico comparativo de duas calibrações do termopar Au/Pt #01: Uma realizada no Inmetro, em 2002; e outra realizada no fabricante em 1998.

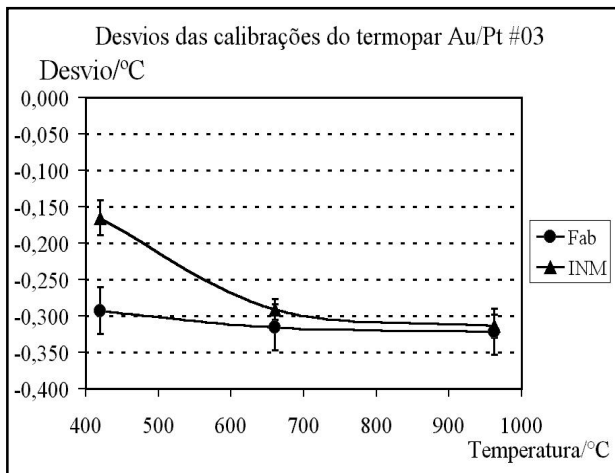


Figura 11: Gráfico comparativo de duas calibrações do termopar Au/Pt #03: Uma realizada no Inmetro, em 2003; e outra realizada no fabricante em 1998.

### INCERTEZAS NA CALIBRAÇÃO DO TERMOPAR INM 2003-02 POR PONTOS FIXOS

Nas tabelas abaixo serão apresentados um modelo de planilha de cálculo de incerteza para o termopar INM 2003-02, no ponto fixo da prata e a seguir uma segunda tabela com as incertezas calculadas, segundo este modelo, em todos os pontos calibrados.

**Tabela 14** : Incerteza de calibração no ponto da prata

Contribuição da Incerteza	Incerteza padrão / mK
Célula do ponto fixo	±8,1
Reprodutibilidade	±31,0
Junção de referência	±2,9
Calibração do voltímetro	±8,9
Resolução do voltímetro	±0,2
Desvio padrão das leituras	±0,8
Incerteza combinada	±33,4
Incerteza expandida ( $k=2$ )	±66,8

**Tabela 15** : Incerteza expandida nos pontos fixos ( $k=2$ )

Temperatura / °C	Incerteza padrão / °C
961,780	±0,067
660,323	±0,037
419,527	±0,020
231,928	±0,039
156,5985	±0,020
29,7646	±0,059

**Tabela 16** : Incerteza expandida\* ( $k=2$ ) dos cinco termopares, calibrados por pontos fixos na faixa de 0°C a 1000°C

Termopar	Incerteza expandida / °C
Au /Pt #01	±0,03
Au /Pt #02	±0,07
Au /Pt #03	±0,08
INM 2003-01	±0,10
INM 2003-02	±0,13

\* **NOTA:** As incertezas expandidas incluem a incerteza devido ao ajuste da curva de calibração.

A tabela dos coeficientes de Seebeck mostra como a potência termoelétrica decresce com a temperatura, diminuindo o valor em mais de três vezes no ponto do gálio em relação ao ponto da prata. Isso tem grande influência na conversão das incertezas de micro Volts para graus Celsius, principalmente no que diz respeito à incerteza do ajuste e à incerteza devido à reprodutibilidade do termopar.

**Tabela 17** : Coeficientes de Seebeck (potência termoelétrica na temperatura dos pontos fixos)

Temperatura / °C	Coefficiente de Seebeck / $\mu V$
961,780	24,9
660,323	20,1
419,527	16,2
231,928	12,6
156,5985	10,9
29,7646	7,10

### DESVIOS NO PONTO DA PRATA COMPARATIVO AOS TERMOPARES ESTUDADOS POR MCLAREN E MURDOCK

A tabela 18 demonstra uma comparação entre os desvios encontrados nas medições no ponto da prata para os cinco termopares estudados neste trabalho e dois termopares avaliados no trabalho de McLaren e Murdock [1], em 1987. Nota-se que, com exceção do termopar Au/Pt #01, todos os demais apresentam desvios da ordem de centésimos e até décimos de graus Celsius, em relação ao termopar de mais alta força eletromotriz (MAF) elaborado por McLaren e Murdock, aproximando-se do resultado do termopar de mais baixa força eletromotriz (MBF).

**Tabela 18** : Tabela de fems e desvios no ponto da prata, em relação à função internacionalmente adotada.

Termopar	Fem / $\mu\text{V}$	Desvio/ $^{\circ}\text{C}$
Termopar MAF - McLaren	16120,40	-0,004
Au /Pt #01	16120,58	0,003
Au /Pt #02	16119,51	-0,04
Au /Pt #03	16112,67	-0,3
INM 2003-01	16108,66	-0,5
INM 2003-02	16103,15	-0,7
Termopar MBF - McLaren	16100,90	-0,8

## DISCUSSÃO

Dos cinco termopares estudados, o INM 2003-02 é o que apresenta o maior desvio em relação à tabela de referência (em módulo) e também a maior instabilidade de fem na realização do ponto da prata. No dia 27/08/03, os fios de ouro e de platina se partiram e foram soldados. Na remontagem, a parte dos fios que estava anteriormente na haste sensora, foi colocada na junta fria e vice-versa. No entanto, os três resultados seguintes no ponto da prata sofreram um pequeno decréscimo, chegando a atingir o valor de  $16102,605\mu\text{V}$  em 08/01/04. A partir desta data os valores de fem aumentaram de valor, atingindo, no dia 16/03/04,  $16103,312\mu\text{V}$  para a fusão e  $16103,146\mu\text{V}$  na realização da solidificação. Os cinco valores de fem medidos após o conserto do termopar, no período de 16/10/03 a 16/03/04 indicam uma tendência de estabilidade da fem, (mostradas na figura 5) ainda que se deva realizar mais medições para confirmar isso. As medições no ponto do alumínio, efetuadas no período de 20/10/03 a 20/01/04 (após o reparo) revelam uma tendência à estabilidade, e a amplitude dos desvios ( $0,05^{\circ}\text{C}$ ) assemelha-se à encontrada para o termopar INM 2003-01, como constata-se na figura 6.

Quanto aos termopares importados de dois renomados fabricantes internacionais, observa-se que, para os dois primeiros, denominados de Au/Pt # 01 e Au/Pt # 02, há uma sensível diferença no desempenho: enquanto o primeiro praticamente tem um desvio desprezível em relação à tabela de referência, da ordem de uns poucos milikelvins, o segundo já apresenta desvios de  $0,04^{\circ}\text{C}$  ou mais. Já para o terceiro termopar de outro fabricante, os desvios são de magnitude de décimos de grau Celsius, chegando a atingir  $-0,314^{\circ}\text{C}$  no ponto da prata. Destaca-se nesta comparação abordada na figura 8, o fato de que todos os termopares importados foram construídos com fios com cinco noves de pureza (99,999% puros) e se utilizaram de tubos de proteção de quartzo e tubos capilares de cerâmica da melhor qualidade.

Em relação à reprodutibilidade, as comparações abordadas nos gráficos das figuras 10 e 11, mostram que o termopar Au/Pt #01 apresentou todos os resultados compatíveis, enquanto que o termopar Au/Pt #03 teve apenas um resultado incompatível no ponto do zinco.

## CONCLUSÕES

No que se infere à avaliação do desempenho dos cinco termopares estudados com relação à pureza dos fios, pode-se concluir que os resultados dos termopares que apresentam fios menos puros (como os dois construídos no Inmetro), revelaram desvios maiores em relação à tabela de referência (em módulo). Entretanto, quando comparados entre si, ou seja, em dois grupos de mesma pureza de material, os resultados foram distintos, podendo-se daí inferir os seguintes comentários:

1) Para os três termopares construídos com fios de cinco noves de pureza, somente o Au/Pt #01 ficou muito próximo da tabela, revelando que, apesar dos materiais empregados serem aparentemente os mesmos, pode ter havido contaminação dos fios durante a montagem, ou no recozimento, ou ainda transferida para os fios pelo contato com impurezas contidas dentro do tubo capilar cerâmico. Isso fica mais evidente no termopar importado Au/Pt #03, o qual apresentou uma boa reprodutibilidade nos pontos da prata e do alumínio, quando teve sua calibração original comparada com a do Inmetro, contudo apresentou desvios em relação à tabela bem maiores do que os dois primeiros;

2) Esse problema de uma possível contaminação também surge nos dois termopares construídos no Inmetro, com o mesmo procedimento. Apesar de os tubos cerâmicos terem passado pelo mesmo processo de queima em  $1000^{\circ}\text{C}$  e uma limpeza inicial, o desempenho do INM 2003-02 foi pior que o do primeiro termopar, o INM 2003-01, tanto no desvio em relação à tabela, quanto em sua estabilidade de fem (como está demonstrado na avaliação das incertezas (tabela 15), em que o principal componente é a reprodutibilidade – ver também o gráfico da figura 5). Na tabela 18, em que os resultados dos cinco termopares medidos no ponto da prata são comparados com os resultados de dois termopares estudados por McLaren e Murdock, nota-se uma grande evolução dos desvios em relação ao de mais alta fem, conseqüência da diminuição da pureza dos fios. Isso reforça a necessidade em apurar tanto o processo de limpeza da cerâmica, quanto a escolha de sua composição;

3) Com respeito às incertezas expandidas para os cinco termopares na faixa de  $0^{\circ}\text{C}$  a  $1000^{\circ}\text{C}$  considerando a incerteza do ajuste, elas aumentam muito para os termopares que possuem desvios maiores em relação à tabela, não só influenciada pela magnitude dos desvios, como também pela conversão dos valores de tensão elétrica em temperatura (vide tabela 17). Revelando que a maior incerteza encontrada para o termopar com os maiores desvios, o INM 2003-02 (cerca de aproximadamente  $\pm 0,13^{\circ}\text{C}(k=2)$ ) é inferior às incertezas dos termopares tipo S e R, para a mesma faixa, as quais estão em torno de  $\pm 0,3^{\circ}\text{C}(k=2)$ .

4) Como proposta futura fica como sugestão a continuidade do estudo da estabilidade de termopares construídos empregando tubos cerâmicos de origens diferentes e outros processos de limpeza desses materiais.

## AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer ao CNPq (Conselho Nacional de Pesquisa) pelo apoio financeiro às pesquisas realizadas no Inmetro e ao colega Paulo Roberto da Fonseca Santos, pelas contribuições e correções ao conteúdo do trabalho.

## REFERÊNCIAS

1. E.H. McLaren and E.G. Murdock, The Pt/Au Thermocouple – NBS 27703, Ottawa, Canada, 1987.
2. Preston-Thomas, H., *Metrologia* **27**, 3-10 (1990).
3. Preston-Thomas, H., Bloembergen, B., and Quinn, T. J., *Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990*, 1990, Monograph CCT/WG1, BIPM, Sèvres, France, 1990, pp. 29-78.
4. S. G. Petkovic, F. A. L. Goulart e M. S. Monteiro, CALIBRAÇÃO DE TERMOPARES POR PONTOS FIXOS NO INMETRO - A RASTREABILIDADE DESSES PADRÕES NA RBC, *Metrologia* 2000, São Paulo, S.P., Brasil, volume ENLAB 2000, pp 227-238.
5. S. G. Petkovic, F.A.L. Goulart and M. S. Monteiro, FIXED POINT CALIBRATION OF THERMOCOUPLES IN BRAZIL, anais do evento National Conference for Standard Laboratories International (NCSLI 2001) Washington D.C., EUA, 2001.
6. Slavoljub G. Petkovic, Fernando A. L. Goulart, Fábio D. Campos, Hamilton D. Vieira, Klaus N. Quelhas, Marcelo S. Monteiro, Paulo R. F. Santos, FIXED POINT CALIBRATION FOR TYPE N THERMOCOUPLES IN THE 0°C TO 1000°C RANGE, XVII IMEKO World Congress, Dubrovnik, Croatia, 2003.
7. S. G. Petkovic, Rodrigo da Silva, H.D. Vieira, K.N. Quelhas, M. S. Monteiro, P. R. F. Santos, CONSTRUÇÃO E AVALIAÇÃO DE UM TERMOPAR DE OURO-PLATINA NO INMETRO, anais do evento *Metrologia* 2003, Recife, Pernambuco, Brasil, 2003.
8. M. S. Monteiro, Alcir de Faro Orlando, "Avaliação Metrológica da Estabilidade Termo-Elétrica De Termopar Aup", PUC-Rio (Dissertação de Mestrado), 2002.
9. Marcelo dos Santos Monteiro, Alcir de Faro Orlando, ESTUDO DE UM TERMOPAR OURO/PLATINA - UMA ALTERNATIVA AOS TERMÔMETROS DE REFERÊNCIA DOS LABORATÓRIOS DA RBC, anais do evento *Metrologia* 2003, Recife, Pernambuco, Brasil, 2003.
10. Marcelo dos Santos Monteiro, Alcir de Faro Orlando, STABILITY EVALUATION OF A GOLD-PLATINUM THERMOCOUPLE AS AN INTERPOLATING INSTRUMENT IN THE TEMPERATURE SCALE, XVII IMEKO World Congress, Dubrovnik, Croatia, 2003.
11. G. W. Burns and M. G. Scroger, The calibration of Thermocouples and Thermocouple Materials, NIST Special Publication 250-35, pp 51-53, 1989.

---

### Autores:

Slavoljub Garcia Petkovic, Inmetro, Laboratório de Termometria, Av. Nossa Senhora das Graças, 50 Xerém Cep: 25250-020 Duque de Caxias, RJ, Brasil, Tel: 55.21.2679-9058 Fax: 55.21.2679-9027 e-mail: [sgpetkovic@inmetro.gov.br](mailto:sgpetkovic@inmetro.gov.br)

Rodrigo da Silva, Consistec – Controles e Sistemas de Automação Ltda / Inmetro - Av. Nossa Senhora das Graças, 50 Xerém Cep: 25250-020, Duque de Caxias, RJ, Brasil, Tel: 55.21.2679-9019 Fax: 55.21.2679-9027 e-mail: [rdsilva@inmetro.gov.br](mailto:rdsilva@inmetro.gov.br)

Hamilton Davidson Vieira, Inmetro, Laboratório de Termometria, Av. Nossa Senhora das Graças, 50 Xerém Cep: 25250-020 Duque de Caxias, RJ, Brasil, Tel: 55.21.2679-9056 Fax: 55.21.2679-9027 e-mail: [hdvieira@inmetro.gov.br](mailto:hdvieira@inmetro.gov.br)

Klaus Natorf Quelhas, Inmetro, Laboratório de Termometria, Av. Nossa Senhora das Graças, 50 Xerém Cep: 25250-020 Duque de Caxias, RJ, Brasil, Tel: 55.21.2679-9056 Fax: 55.21.2679-9027 e-mail: [knquelhas@inmetro.gov.br](mailto:knquelhas@inmetro.gov.br)

---