

Construção e avaliação de termopar Pt/Pd para utilização em fornos de alta temperatura

Construction and evaluation of Pt/Pd thermocouple for use in high temperature furnaces

P H F Diniz , R N Teixeira, LVG Tarelho

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia

phdiniz@inmetro.gov.br

Resumo: Este trabalho consistiu na construção e avaliação de um sensor de temperatura termopar feito com fios de platina e paládio para ser utilizado em uma ampla faixa de temperatura, com foco na faixa superior a 1000 °C. Para isso, uma diferente metodologia de construção e estabilização foi testada. Após seu desenvolvimento, o termopar foi calibrado e seus resultados foram comparados com outros termopares padrão do Laboratório de Termometria do Inmetro. Os resultados foram satisfatórios, o que comprovou a efetividade da metodologia adotada.

Palavras chave: termopar, fornos, calibração, avaliação.

Abstract: This work consisted in the construction and evaluation of a thermocouple temperature sensor made with platinum and palladium wires to be used over a wide temperature range, with a focus on a range higher than 1000 ° C. For this, a different methodology of construction and stabilization was tested. After its development, the thermocouple was calibrated and its results were compared with other standard thermocouples from the Thermometry Laboratory of Inmetro. The results were satisfactory, which proved the effectiveness of the adopted methodology.

Keywords: thermocouple, furnaces, calibration, evaluation

1. INTRODUÇÃO

Atualmente, o Laboratório de Termometria do Inmetro (Later) dispõe de 3 tipos de termopares que são utilizados como padrões em calibrações. 2 deles foram construídos com fios de platina e ligas de platina-ródio (Tipo S e Tipo B) e o outro foi construído com fios de ouro e platina de elevada pureza.

Os termopares feitos de platina-ródio possuem a desvantagem de apresentarem uma grande deriva quando submetidos, por um tempo prolongado, a elevadas temperaturas. Isso acontece devido às mudanças físicas e químicas como tensão, contaminação, oxidação e a difusão e evaporação seletiva do ródio. [1]

Uma forma de minimizar essa deriva em termopares é a utilização de metais nobres de alta pureza em sua construção, como é o caso do termopar Ouro/Platina. Esse tipo de termopar

possui excelente estabilidade e homogeneidade termoeétrica e seu desempenho é bem superior aos termopares de liga platina/ródio.

Entretanto, o limite de operação desse tipo de termopar é muito baixo, não sendo recomendável sua utilização em uma temperatura superior a 1000 °C, pois o fio de ouro fica excessivamente macio em uma temperatura próxima a sua temperatura de fusão (1064,18 °C), podendo ser deformado plasticamente. [2]

Uma alternativa viável para utilização em temperaturas mais elevadas e que agrega as qualidades dos tipos de termopares citados acima é a utilização de fios de Platina/Paládio (Pt/Pd) de alta pureza (> 99,99%). Dentre as principais vantagens desse tipo de termopar podemos destacar a menor contaminação da platina pelo paládio, quando comparado aos de liga de ródio, e a possibilidade de utilização em temperaturas próximas de 1300 °C, devido ao maior ponto de fusão do paládio quando comparado ao do ouro.

2. OBJETIVOS

Este trabalho consistiu da construção, calibração e avaliação da estabilidade e homogeneidade termoeétrica de um termopar com fios de Platina e Paládio de alta pureza, a fim de utilizá-lo como padrão em calibrações de outros sensores de temperatura e avaliação de fornos de alta temperatura (até 1300 °C).

Além disso, os resultados obtidos pelo termopar construído foram comparados com os resultados de outros termopares, a fim de avaliar sua exatidão e viabilidade como proposta para utilização como padrão secundário em uma ampla faixa de temperatura.

Esse estudo, além de prover domínio técnico na construção desse tipo de sensor e garantir o conhecimento detalhado de suas características e comportamento, permitirá estender a faixa de temperatura em avaliações de fornos e calibrações de outros sensores de temperatura, para até 1300 °C, superior à que é desenvolvida atualmente pelo Laboratório de Termometria que é de 100 °C a 1100 °C.

3. METODOLOGIA

O desenvolvimento desse estudo se deu em 3 etapas e elas estão descritas nas subseções seguintes.

3.1. Construção

Para construção do termopar, foi utilizado um fio de platina com pureza de 99,997% e fio de paládio com pureza melhor que 99,99%, adquiridos do fabricante Alfa Aesar®, ambos com diâmetro de 0,5 mm.

O fio de paládio foi submetido a um processo de recozimento elétrico a 1300 °C por 10 horas, utilizando uma fonte de corrente, conforme ilustrado na Figura 1. Em seguida foi colocado em um forno para recozimento térmico a 1100 °C por aproximadamente 1 hora e por último em um forno a 450 °C por 12 horas.

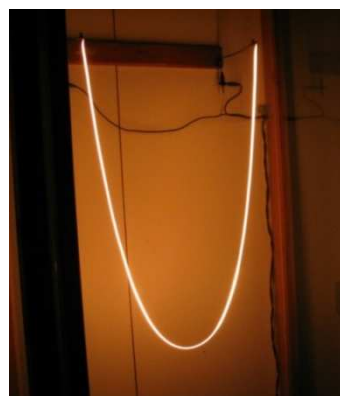


Figura 1 - Recozimento elétrico dos fios.

O fio de platina foi submetido a um processo de recozimento semelhante ao fio de paládio, acrescentando uma etapa de recozimento por 1 hora em forno a 450 °C após seu recozimento elétrico.

Após o recozimento elétrico, cada fio foi inserido em um tubo capilar que foi previamente queimado para eliminação de impurezas em um forno Carbolite TZF 12/75/700 por 16 horas a 1100 °C. Esse procedimento foi realizado de forma minuciosa, evitando torções dos fios, o que poderia comprometer a sua homogeneidade.

Depois de inseridos nos furos do capilar, os fios de paládio e de platina foram unidos em uma das extremidades por meio de solda a hidrogênio. Nesse procedimento, o fio de platina foi curvado “em U” e a união dos fios foi efetuada numa

posição frontal ao fio de paládio. Entende-se que, dessa forma, quando o termopar é submetido a elevadas temperaturas, o deslocamento do fio de paládio no sentido longitudinal reduz a tensão mecânica no local da junção, minimizando a possibilidade da sua ruptura. Em seguida, a região de solda foi deslocada 1 cm para o interior do furo do tubo capilar que contém o fio de paládio, a fim de garantir a proteção da junção e direcionar o sentido de deslocamento do fio, conforme figuras 2a e 2b.



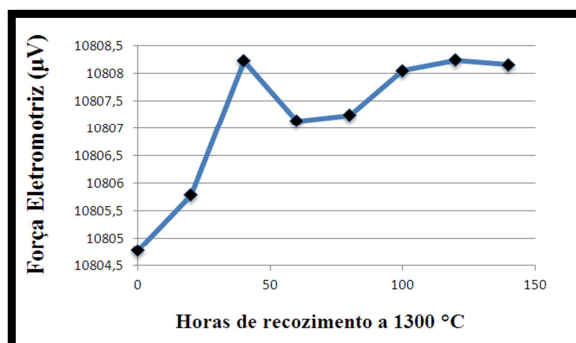
**Figura 2a – Detalhe da região de solda dos fios e
Figura 2b - Posterior inserção no capilar.**

Na outra extremidade cada fio foi unido, entrelaçado a um fio de cobre, e o conjunto foi inserido em um tubo de vidro, formando assim a junção de referência do termopar.

O termopar construído foi identificado como LTPP-0516.

3.2. Avaliação da estabilidade e homogeneidade termoelétrica

Após a montagem, iniciou-se o procedimento de estabilização do termopar LTPP-0516. Essa estabilização consistiu no recozimento periódico do termopar em um forno a 1300 °C. Entre cada ciclo de recozimento de 20h, foi efetuada uma medição no ponto de solidificação da prata (961,78 °C) a fim de se observar a variação da indicação da sua força eletromotriz (*f.e.m*). O critério estabelecido para o termopar ser considerado estável durante o procedimento de estabilização foi o de que a variação da *f.e.m*, nas 3 últimas medições, deveria ser igual ou inferior a 0,5 μV (0,026 °C). Os resultados dessas medições são apresentados no gráfico abaixo.



**Gráfico 1 – F.e.ms medidas com o termopar
LTPP-0516 no ponto da prata**

Após a estabilização, o termopar LTPP-0516 foi calibrado pelo método dos pontos fixos nas células da prata (961,78 °C), alumínio (660,323 °C), zinco (419,527 °C), estanho (231,928 °C) e ponto do gelo (0,0 °C).

Durante a calibração, também no ponto de solidificação da prata, foi efetuada a avaliação da homogeneidade termoelétrica dos fios do termopar. Para essa avaliação, tomando o fundo do poço termométrico da célula como posição inicial, o termopar foi deslocado de 2 cm em 2 cm no sentido de sua retirada, até uma distância de 18 cm em relação à posição inicial. O valor definido como a não homogeneidade do termopar foi a diferença entre o maior valor e o menor valor de *f.e.m* obtidos neste levantamento.

3.3. Verificação contra outros termopares

Após concluir todas as etapas de construção, estabilização e calibração do termopar, foi possível também comparar seu resultado com os resultados obtidos pelos termopares-padrão que atualmente são utilizados no Laboratório de Termometria para calibração de outros sensores de temperatura. São eles:

- Um termopar Tipo B, identificado como LTB-0112
- Um termopar Tipo S, identificado como LTS-0114
- Um termopar Tipo Ouro/Platina (Au/Pt) identificado como INM-2003-01

Esses termopares foram calibrados no Later no ano de 2016, utilizando a mesma metodologia e o mesmo conjunto de pontos fixos adotados para o termopar em estudo.

4. RESULTADOS OBTIDOS

Os valores medidos nos testes de homogeneidade realizados e as incertezas encontradas nas calibrações, tanto dos termopares-padrão do laboratório quanto do termopar em estudo, são apresentados nas Tabelas 1 e 2, respectivamente.

As incertezas expandidas (U), calculadas para cada um dos termopares, foram obtidas segundo procedimento descrito em norma técnica do laboratório. Maiores informações sobre os detalhes construtivos e resultados obtidos pelo termopar estão descritos em estudo desenvolvido no Later. [3].

Tabela 1 - Resultados obtidos no teste de homogeneidade.

Termopar	Tipo	Não Homog. (°C)
LTB-0112	B	0,25
LTS-0114	S	0,13
INM-2003-01	Au/Pt	0,03
LTPP-0516	Pt/Pd	0,05

Tabela 2 - Incertezas encontradas nas calibrações dos termopares.

Ponto Fixo	B	S	Au/Pt	Pt/Pd
	U (°C)	U (°C)	U (°C)	U (°C)
Ag (961,78 °C)	0,32	0,16	0,05	0,07
Al (660,32 °C)	0,34	0,16	0,05	0,07
Zn (419,53 °C)	0,39	0,17	0,05	0,08
Sn (231,93 °C)	0,56	0,17	0,05	0,08
Gelo (0,0 °C)	4,57	0,19	0,08	0,09

5. CONCLUSÃO

Com relação à estabilização do termopar LTPP-0516, a metodologia de recozimentos térmicos em fornos a 1300 °C com intervalos de 20 horas, mostrou-se bastante efetiva, permitindo sua estabilização em um período de aproximadamente 140 horas.

Ao compararmos as incertezas expandidas obtidas nas calibrações realizadas após a estabilização do termopar, e o resultado obtido no teste de homogeneidade, é possível concluir que o método construtivo adotado para o termopar LTPP-0516, onde o fio de platina é curvado em “U” e a solda dos dois fios é realizada em uma posição lateral e, em seguida, inserida no tubo capilar se mostrou bastante eficiente.

Seu desempenho foi superior aos termopares Tipo S, LTS-0114 e Tipo B, LTB-0112 e bastante próximo ao Termopar Tipo Au/Pt, INM-2003-01, padrões de trabalho do Laboratório de Termometria.

Um dos possíveis fatores que justificam seu bom desempenho é que, ao inserirmos a junção de medição no interior do capilar, o deslocamento da junção dos fios quando o termopar é submetido a temperaturas elevadas ocorre em uma única direção, impedindo a flexão do conjunto, o que poderia gerar uma pequena tensão mecânica na região, e assim comprometer o efeito termoelétrico.

Ao fim deste estudo, foi gerado um certificado de calibração para o termopar LTPP-0516 e o mesmo passou a ser adotado como padrão de trabalho no Laboratório de Termometria.

REFERÊNCIAS

- [1] EDLER, F.; NAU, M. - Thermal stability and thermovoltages of Pt/Pd thermocouples made of Pd wires of different purity, 2002.
- [2] PETKOVIC, S.G.; DA SILVA, R.; VIEIRA, H.D.; QUELHAS, K.N.; Avaliação de termopares Ouro-Platina no Inmetro, Enqualab, 2004.
- [3] DINIZ, PEDRO HENRIQUE FERNANDES. Construção, caracterização e avaliação de termopares platina/paládio para utilização como padrões em calibrações de sensores de temperatura. Duque de Caxias, 2016.116 p. Mestrado (Dissertação) – Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia.