

Relatório da comparação interlaboratorial com termopar de isolamento mineral tipo K

Organizada pela CT 11

P R. F Santos, S G. Petkovic, H D Vieira, K N Quelhas, T L Oliveira (Inmetro), *et al*

2007

1. INTRODUÇÃO

Esta comparação interlaboratorial foi planejada pela Comissão Técnica de Temperatura e Umidade (CT 11) da Divisão de Credenciamento de Laboratórios (Dicla) do Inmetro e realizada em 2007. A comparação foi planejada para ser realizada com o mesmo tipo de artefato que o da comparação anterior. A diferença é que a primeira foi feita na faixa entre 0 °C e 1000 °C e esta foi realizada na faixa de -40 °C a 300 °C. Similarmente a comparação anterior, o objetivo desta comparação na grandeza temperatura foi avaliar o desempenho dos laboratórios participantes quanto à sua melhor capacidade de medição e investigar particularidades no serviço de calibração termopar de metal básico. O emprego do artefato sendo o termopar K, Cromel (NiCr)-Alumel (NiAl), de isolamento mineral se deve a ser este o sensor mais empregado na indústria e abranger uma ampla faixa de medição de temperatura, de -200 °C a 1200 °C [1, 2]. A não-homogeneidade nos fios também motivou sua escolha para a realização desta comparação. Embora a faixa de trabalho do termopar K seja bem ampla, foi decidido avaliar a calibração dos termopares na faixa de -40 °C a 300 °C para investigar o desempenho dos laboratórios numa faixa mais restrita onde, geralmente, as incertezas dos laboratórios são menores do que quando se trabalha numa faixa mais ampla.

A Comissão estabeleceu os procedimentos da comparação e, inicialmente, era prevista a participação de 24 laboratórios das instituições seguintes: CIENTEC, SALCAS, CONSISTEC, SETTING, CONTEMP, USIMINAS, CST-ARCELOR, VISOMES, ECIL, NAKA, HERAEUS, CTA/IFI/CMA, IOPE, ESCALA, IPT, EQUIPE, LABELO, CETEC, LABOMI, PRESYS, MEC-Q Bahia, MEC-Q Santo André, PRESERTEC e INPE.

Os laboratórios das seguintes instituições não enviaram os relatórios como combinado: INPE, IOPE, MEC-Q Bahia, MEC-Q Santo André.

Posteriormente outras três instituições foram contatadas para participar da comparação. Destas apenas os laboratórios das seguintes instituições enviaram resultados: IFM e PUC-ITUC.

O laboratório piloto da comparação foi o Laboratório de Termometria (LATER), do Inmetro, perfazendo um total de 23 participantes, incluindo o Inmetro.

2. OS ARTEFATOS E SUAS CARACTERÍSTICAS

Para a realização da comparação foram produzidos 30 artefatos. Foi solicitado ao fabricante que todos os termopares fossem fabricados com fios com isolamento mineral de um mesmo rolo, de modo a se obter termopares os mais homogêneos possíveis. Também foi pedido que os cabos de extensão fossem feitos de um mesmo rolo de fio flexível. Estes artefatos foram fabricados e doados pela empresa EQUIPE.

Foram construídos 30 termopares de bainha metálica com diâmetro externo de 3 mm e 500 mm de comprimento.

Para que o valor de referência fosse representativo para todos os termopares fabricados, três termopares foram calibrados pelo laboratório de referência. Estes três artefatos foram manufaturados com pedaços de fios retirados do início, do meio e do fim dos 4500 mm usados para fabricação dos 30 artefatos.

Em cada termopar foi acrescentado um rabicho (extensão) de 2000 mm de comprimento conectado aos fios rígidos do termopar dentro de um cabeçote isolado com resina. A extremidade livre dos cabos de extensão é conectada aos cabos de cobre na junção de referência.

Os termopares foram enviados aos participantes, sem a necessidade de devolução ao laboratório coordenador nem ao fabricante.

3. METODOLOGIA DAS CALIBRAÇÕES DOS PARTICIPANTES

Foi determinado que cada laboratório participante usasse seu próprio procedimento de calibração por comparação. Todos estes procedimentos estão baseados no método de calibração por comparação. Qualquer mudança no procedimento normal do laboratório deveria constar do relatório.

Foram acordados os seguintes pontos de calibração: -40 °C, 0 °C; 50 °C; 100 °C; 150 °C; 200 °C; 250 °C; 300 °C, 50 °C e 0 °C.

Também foi acordado que os valores das fems medidas deveriam ser ajustados pelos laboratórios participantes às temperaturas dos pontos de calibração correspondentes aos valores das temperaturas dos pontos acima. Quando o laboratório não fez este ajuste o laboratório de referência ajustou a fem para a temperatura exata de modo a poder se comparar os resultados.

4. DETERMINAÇÃO DOS VALORES DE REFERÊNCIA - CALIBRAÇÕES NO INMETRO

Os três termopares, designados internamente no Inmetro como K4, K5 e K6, foram calibrados no Inmetro por comparação em banhos termostáticos contra um termômetro padrão de resistência de platina de 25 ohms calibrado em pontos fixos de temperatura. Os resultados destas calibrações foram consolidados nos certificados de calibração: 1446/2007 do termopar K4; 1513/2007 do termopar K5 e 1448/2007 do termopar K6.

Na realização do primeiro ponto 50 °C, o termopar K5 foi testado quanto à homogeneidade.

Todas as medições foram realizadas no sentido de temperatura ascendente ou da menor para a maior.

Os valores de referência usados para analisar o desempenho dos demais laboratórios participantes da comparação foram determinados a partir do resultado destas três calibrações. O valor de referência, de cada ponto de calibração da comparação, foi definido pela média aritmética das fem dos três termopares em cada uma das temperaturas.

4.1 Resultados do Inmetro

Na tabela 1 são apresentados os resultados das calibrações dos três termopares realizadas no Inmetro. Nesta tabela as últimas três colunas apresentam o cálculo do erro normalizado, E_n , entre estes artefatos. Destacam-se nesta comparação os valores de E_n nos pontos 250 °C, 300 °C e as repetições dos pontos 50 °C e 0 °C serem incompatíveis. O E_n foi calculado pela equação:

$$E_n = \frac{|E_{KX} - E_r|}{S\sqrt{U_{KX}^2 + U_r^2}}$$

Onde:

E_{KX} é a fem dos termopares K4, K5 e K6;

E_r é a fem de referência definida pela média dos três termopares;

S é o coeficiente de Seebeck para converter a diferença entre fem de microvolt para grau Celsius;

U_{KX} é a incerteza do termopar KX em graus Celsius;

U_r é a incerteza da fem de referência em graus Celsius

Comparação interlaboratorial realizada pela CT 11 em 2007
 Artefato: termopar de isolamento mineral tipo K entre -40 °C e 300 °C

Nas figuras de 1 a 8 são mostrados os gráficos dos resultados obtidos no Inmetro. Nos gráficos estão assinalados o valor de referência de cada ponto com a barra de incerteza e os valores médios em cada ponto de calibração de cada termopar. Nos gráficos o valor de referência corresponde à média dos valores dos três termopares num mesmo ponto. Pode ser observado nos gráficos das figuras 2 e 3 que os valores das fem dos três termopares variaram bastante nas repetições. Em especial o termopar K5 que variou 0,22 °C no ponto do gelo e 0,23 °C no ponto 50 °C.

Na tabela 2 são apresentados as temperaturas dos pontos de calibração, o valor de referência e a incerteza do valor de referência.

As figuras 2 e 3 apresentam respectivamente os gráficos dos valores medidos no ponto do gelo e em 50 °C no início e no final da calibração.

Tabela 1: Resultados das calibrações dos 3 termopares no Inmetro

t	E _{K4}	U _{K4}	E _{K5}	U _{K5}	E _{K6}	U _{K6}	En	En	En
°C	μV	°C	μV	°C	μV	°C	K4-K5	K4-K6	K5-K6
-40	-1492,18	0,080	-1493,09	0,14	-1492,55	0,040	0,2	0,1	0,1
0	-14,55	0,075	-14,83	0,13	-14,62	0,037	0,0	0,0	0,0
50	1974,63	0,071	1975,54	0,12	1974,31	0,034	0,2	0,1	0,2
100	4051,34	0,070	4051,76	0,12	4051,94	0,034	0,1	0,2	0,0
150	6126,34	0,073	6126,83	0,12	6126,65	0,037	0,1	0,1	0,0
200	8137,54	0,073	8139,19	0,12	8139,01	0,036	0,3	0,5	0,0
250	10150,13	0,072	10154,30	0,12	10157,32	0,035	0,7	2,2	0,6
300	12203,14	0,071	12207,82	0,12	12209,73	0,035	0,8	2,0	0,4
50	1976,76	0,071	1985,07	0,12	1975,78	0,034	1,4	0,3	1,8
0	-19,56	0,074	-23,36	0,13	-16,97	0,036	0,6	0,8	1,2

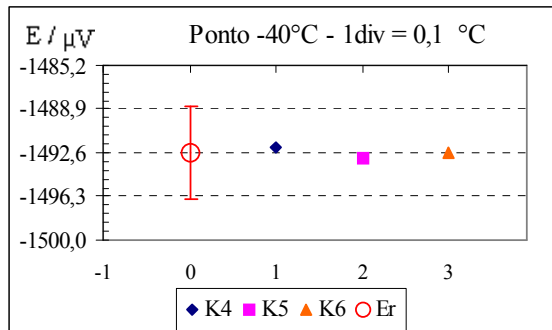


Fig. 1 – Gráfico dos resultados no ponto -40 °C

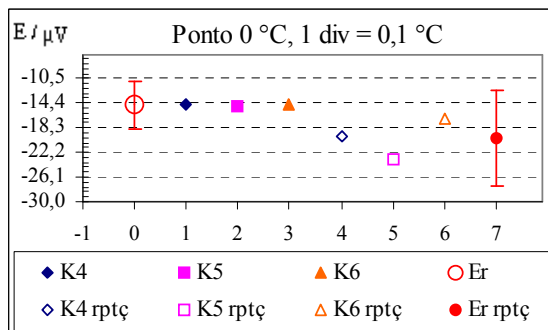


Fig. 2 – Resultados no ponto do gelo

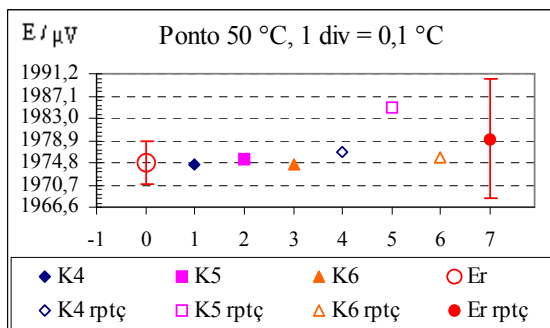


Fig. 3 – Gráfico dos resultados no ponto 50 °C

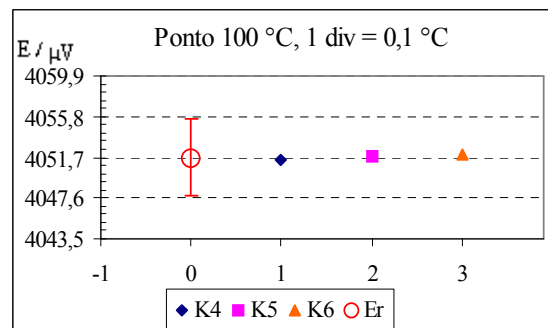


Fig. 4 – Gráfico dos resultados no ponto 100 °C

Comparação interlaboratorial realizada pela CT 11 em 2007
Artefato: termopar de isolamento mineral tipo K entre -40 °C e 300 °C

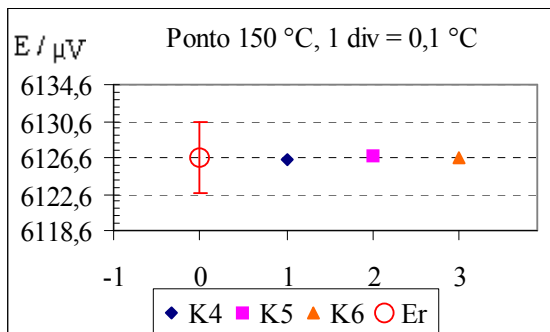


Fig. 5 – Gráfico dos resultados no ponto 150 °C

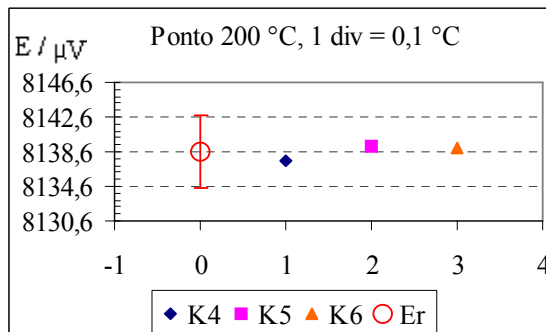


Fig. 6 – Gráfico dos resultados no ponto 200 °C

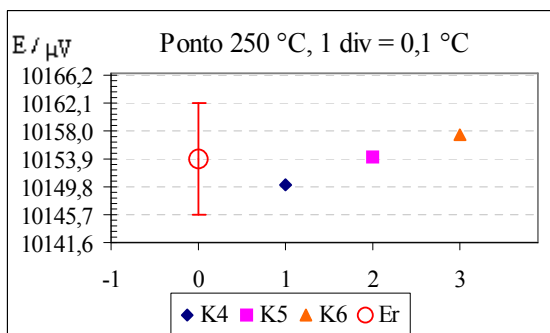


Fig. 7 – Gráfico dos resultados no ponto 250 °C

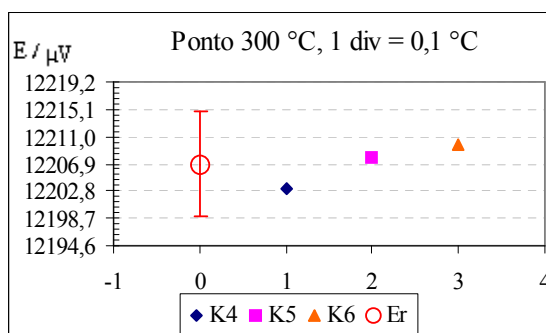


Fig. 8 – Gráfico dos resultados no ponto 300 °C

4.2 Incertezas dos valores de referência – incerteza da Calibração

A incerteza da calibração num dado ponto é normalmente calculada pela combinação de fatores que influenciam os resultados da medição [3]. Esses fatores decorrem do método e neste caso, calibração de termopares por comparação pode ser: a contribuição devida ao sensor padrão, contribuição devida à junção de referência, a contribuição devida ao instrumento de leitura, a contribuição devida à deriva do instrumento de leitura, a contribuição devida à resolução do instrumento de leitura, a contribuição devida ao desvio padrão das leituras na realização do ponto (repetitividade), a contribuição devida ao gradiente e à estabilidade do banho, a contribuição devida à instabilidade do artefato no curto prazo, etc.

Geralmente, se o instrumento tem uma boa estabilidade no curto prazo, os valores de todas as contribuições acima são pequenos considerando os equipamentos usados no laboratório do Inmetro. A tabela 1 mostra que a estabilidade do termopar K5 fez a incerteza da calibração aumentar em relação a dos outros termopares.

A incerteza do valor de referência em cada ponto de calibração foi determinada combinando-se quadraticamente o desvio padrão dos valores dos três termopares com a contribuição devida a não homogeneidade determinada no termopar K5 em 50 °C.

A tabela 2 apresenta, para cada ponto de calibração da comparação, o valor da fem da tabela, o valor da temperatura, o valor da fem de referência e o valor da incerteza.

A não-homogeneidade do termopar K5 foi determinada através da diferença entre a leitura máxima e mínima da fem do termopar com imersão variando de 2 em 2 cm entre 2 cm e 40 cm. Esse valor foi de 0,08 °C e foi considerado tendo uma distribuição retangular. Isto aumentou consideravelmente a

Comparação interlaboratorial realizada pela CT 11 em 2007
Artefato: termopar de isolamento mineral tipo K entre -40 °C e 300 °C

incerteza do valor de referência, porém como mostra a tabela 3, quando calculamos o E_n dos três termopares em relação ao valor de referência todos os resultados são compatíveis.

A incerteza expandida para um nível de confiança de 95% foi calculada multiplicando-se a incerteza combinada pelo fator $k = 2$.

A tabela 3 apresenta os resultados do cálculo do erro normalizado (E_n), obtidos com os valores das fem de cada termopar separadamente em relação aos valores de referência.

Tabela 2: Incertezas expandidas ($k = 2$) dos valores de referência determinados pelo Inmetro para os termopares da comparação.

E tabela	t	Er	Ur	Ur
μV	$^{\circ}C$	μV	μV	$^{\circ}C$
-1526,95	-40	-1492,61	3,9	0,11
0,00	0	-14,67	3,8	0,10
2023,08	50	1974,83	4,0	0,10
4096,23	100	4051,68	3,9	0,09
6138,34	150	6126,61	3,8	0,10
8138,47	200	8138,58	4,2	0,11
10153,37	250	10153,92	8,2	0,20
12208,57	300	12206,90	7,8	0,19
2023,08	50	1979,20	11	0,26
0,00	0	-19,96	7,5	0,19

Tabela 3: Análise dos resultados da calibração dos 3 termopares contra o valor de referência.

Et	t	Er	Ur	En	En	En
μV	$^{\circ}C$	μV	$^{\circ}C$	K4, Er	K5, Er	K6, Er
-1526,95	-40	-1492,61	0,11	0,1	0,1	0,0
0,00	0	-14,67	0,10	0,0	0,0	0,0
2023,08	50	1974,83	0,10	0,0	0,1	0,1
4096,23	100	4051,68	0,09	0,1	0,0	0,1
6138,34	150	6126,61	0,10	0,1	0,0	0,0
8138,47	200	8138,58	0,11	0,2	0,1	0,1
10153,37	250	10153,92	0,20	0,4	0,0	0,4
12208,57	300	12206,90	0,19	0,5	0,1	0,4
2023,08	50	1979,20	0,26	0,2	0,5	0,3
0,00	0	-19,96	0,19	0,1	0,4	0,4

5. RESULTADOS DA COMPARAÇÃO PARA OS LABORATÓRIOS

Embora estivessem previstos 220 resultados dos 22 laboratórios nos 10 pontos de calibração, os 22 laboratórios que enviaram resultados realizaram somente 203 medições. Não foram medidos 17 pontos. Do total das 203 medições 125, resultados tiveram $E_n \leq 1$ (62%) e 78 resultados $E_n > 1$ (38%). A tabela 4 apresenta a distribuição dos valores do erro normalizado E_n para os dez pontos de calibração por laboratório.

Destaca-se na tabela 4 o fato de apenas sete laboratórios terem obtidos $E_n \leq 1$ em todos os pontos medidos e três laboratórios terem obtidos $E_n > 1$ em todos os pontos medidos.

5.1 Comparações dos Resultados

Nas figuras 9 a 18 são mostrados os resultados dos laboratórios comparados com o valor de referência do Inmetro (correspondente a média das calibrações dos três artefatos) nos pontos de calibração.

Tabela 4: Quadro da distribuição de valores de En em todos os 10 pontos de calibração.

Labs	Nº lab	Nº lab	Nº lab
	En ≤ 1	En > 1	NM*
1	1	9	0
2	8	2	0
3	9	0	1
4	10	0	0
5	0	8	2
6	9	1	0
7	5	5	0
8	9	0	1
9	5	2	3
10	3	3	4
11	8	0	2
12	0	10	0
13	0	10	0
14	6	0	4
15	8	2	0
16	6	4	0
17	3	7	0
18	1	8	1
19	9	1	0
20	10	0	0
21	8	2	0
22	10	0	0

* NM significa ponto não medido pelo laboratório

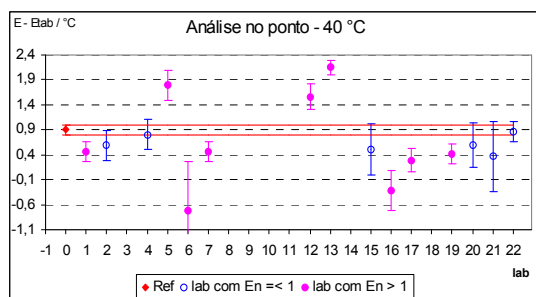


Fig. 9 – Análise dos resultados no ponto $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$

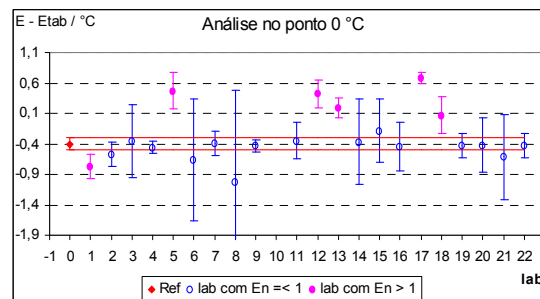


Fig. 10 – Análise dos resultados no ponto do gelo

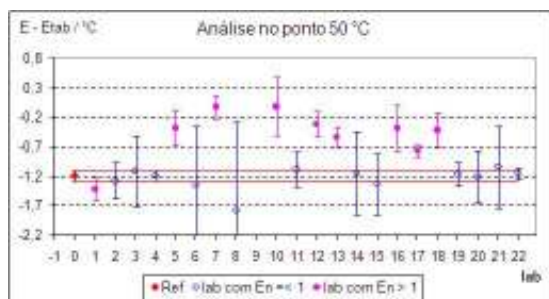


Fig. 11 – Análise dos resultados no ponto $50\text{ }^{\circ}\text{C}$

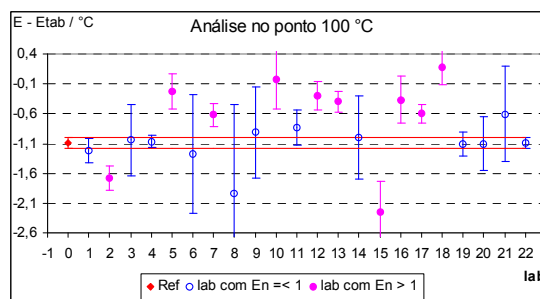


Fig. 12 – Análise dos resultados no ponto $100\text{ }^{\circ}\text{C}$

Comparação interlaboratorial realizada pela CT 11 em 2007
Artefato: termopar de isolamento mineral tipo K entre $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $300\text{ }^{\circ}\text{C}$

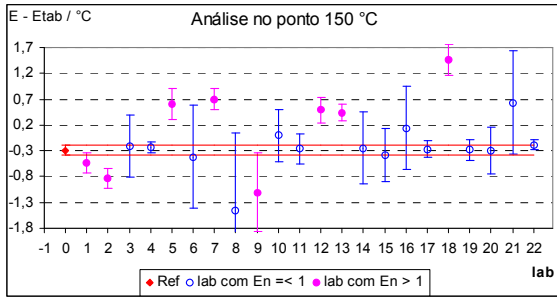


Fig. 13 – Análise dos resultados no ponto $150\text{ }^{\circ}\text{C}$

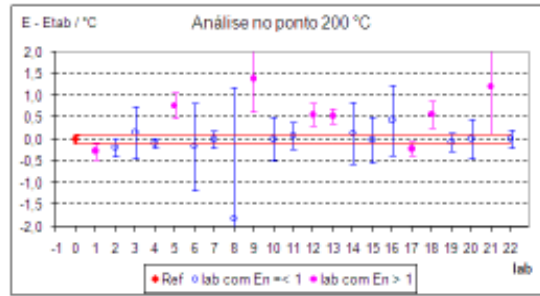


Fig. 14 – Análise dos resultados no ponto $200\text{ }^{\circ}\text{C}$

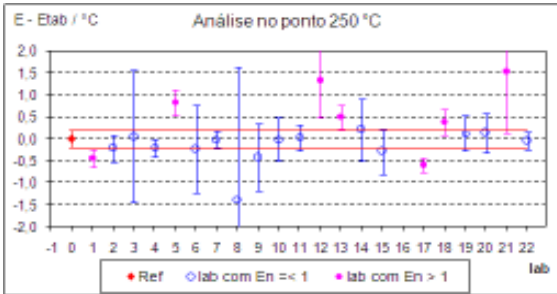


Fig. 15 – Análise dos resultados no ponto $250\text{ }^{\circ}\text{C}$

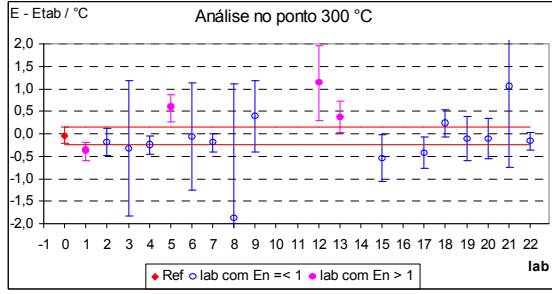


Fig. 16 – Análise dos resultados no ponto $300\text{ }^{\circ}\text{C}$

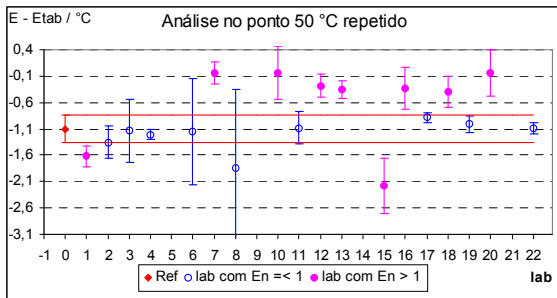


Fig. 17 – Análise da repetição do ponto $50\text{ }^{\circ}\text{C}$

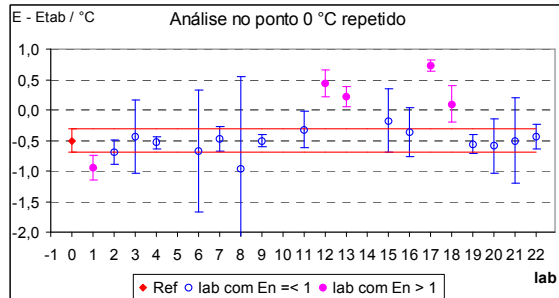


Fig. 18 – Análise dos resultados no ponto $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ repetido

Podemos observar pelos gráficos que houve a maior incidência de laboratórios com $E_n > 1$ nas temperaturas correspondentes aos pontos $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ onde 10 laboratórios em 22 ou 45 % obtiveram $E_n > 1$. Porém foi no ponto $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ que percentualmente este número foi maior, onde 9 laboratórios em 15 que mediram este ponto ou 60 % obtiveram $E_n > 1$.

As figuras de 19 a 40 apresentam os gráficos com o desempenho de cada laboratório individualmente. É importante esta análise, pois ela evidencia rapidamente os diferentes grupos de laboratórios:

- formado pelos laboratórios 1, 5, 12, 13 e 18 que têm um erro sistemático em seu processo de calibração
- formado pelos laboratórios 3, 4, 11, 19, 20 e 22 que apresentam um excelente desempenho e uma estimativa de incerteza realística para a faixa de calibração (menor do que $0,7\text{ }^{\circ}\text{C}$)
- formado pelos laboratórios 6, 8 e 14 que têm bom desempenho e são conservadores na estimativa de sua incerteza para a faixa de calibração (igual ou maior do que $0,7\text{ }^{\circ}\text{C}$)

Comparação interlaboratorial realizada pela CT 11 em 2007
Artefato: termopar de isolamento mineral tipo K entre $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $300\text{ }^{\circ}\text{C}$

(d) formado pelos laboratórios 9 e 21 os com um desempenho irregular (ruim em 2 ou mais pontos) e são conservadores na estimativa de sua incerteza para a faixa de calibração (igual ou maior do que $0,7\text{ }^{\circ}\text{C}$)

(e) formado pelos laboratórios 2, 7, 10, 15, 16 e 17 que têm um desempenho irregular (ruim em 2 ou mais pontos) e não são conservadores na estimativa de sua incerteza para a faixa de calibração (menor do que $0,7\text{ }^{\circ}\text{C}$)

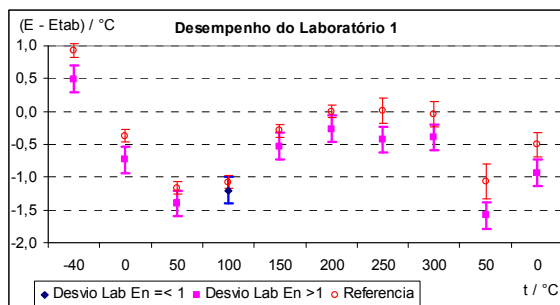


Fig. 19 Gráfico dos resultados do laboratório 1

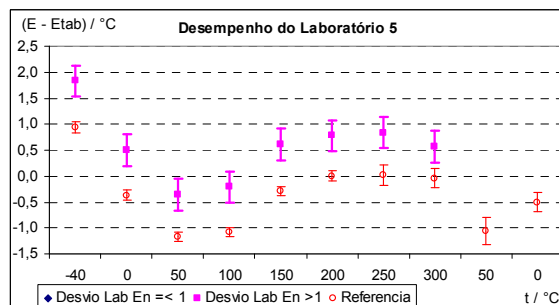


Fig. 20 Gráfico dos resultados do laboratório 5

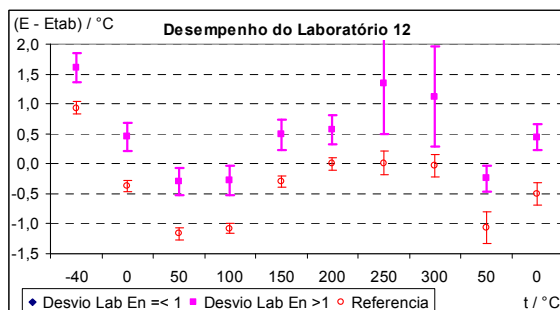


Fig. 21 Gráfico dos resultados do laboratório 12

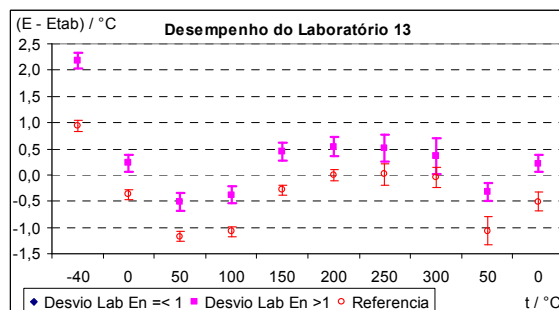


Fig. 22 Gráfico dos resultados do laboratório 13

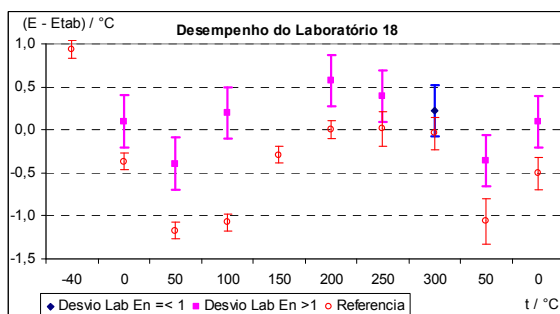


Fig. 23 Gráfico dos resultados do laboratório 18

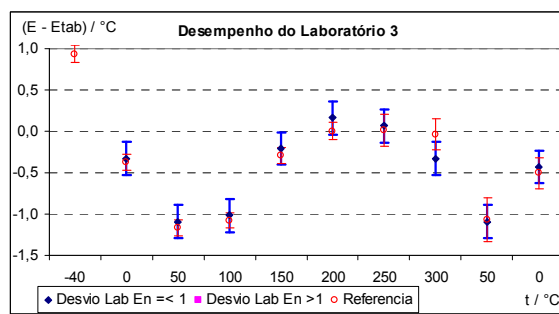


Fig. 24 Gráfico dos resultados do laboratório 3

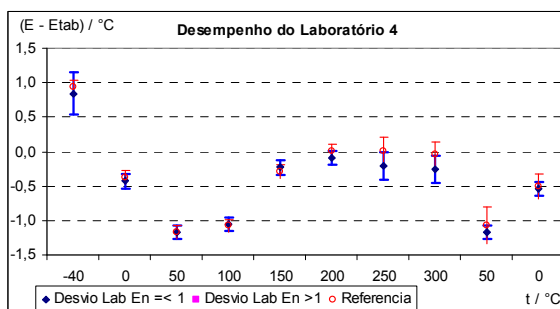


Fig. 25 Gráfico dos resultados do laboratório 4

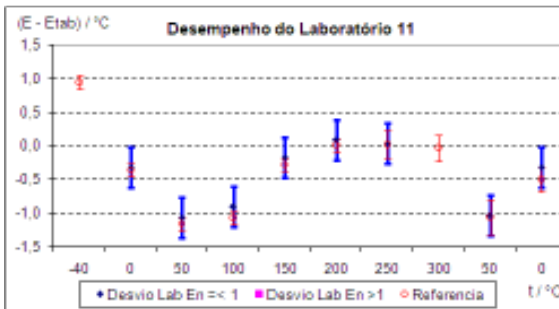


Fig. 26 Gráfico dos resultados do laboratório 11

Comparação interlaboratorial realizada pela CT 11 em 2007
 Artefato: termopar de isolamento mineral tipo K entre $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $300\text{ }^{\circ}\text{C}$

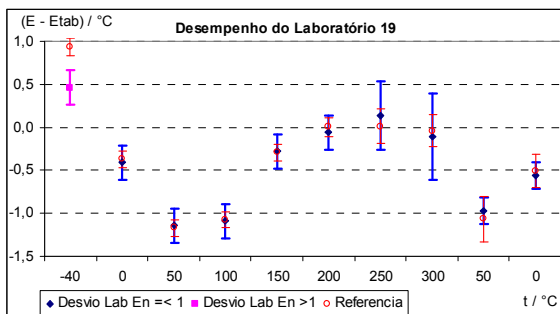


Fig. 27 Gráfico dos resultados do laboratório 19

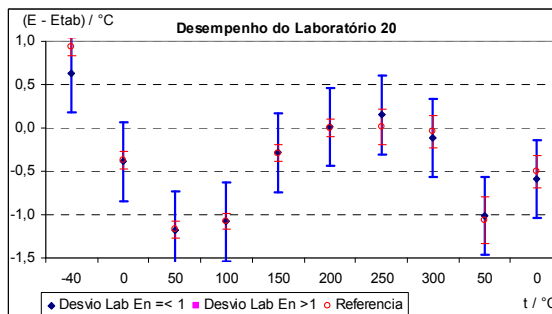


Fig. 28 Gráfico dos resultados do laboratório 20

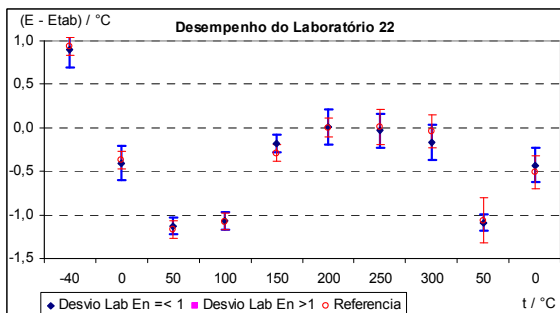


Fig. 29 Gráfico dos resultados do laboratório 22

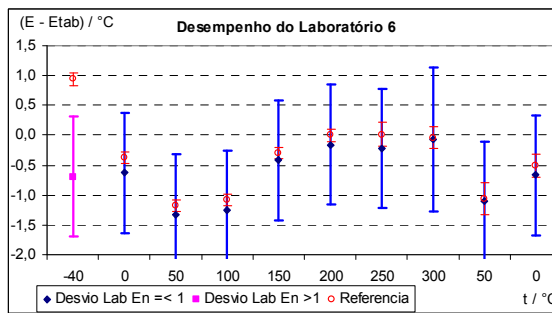


Fig. 30 Gráfico dos resultados do laboratório 6

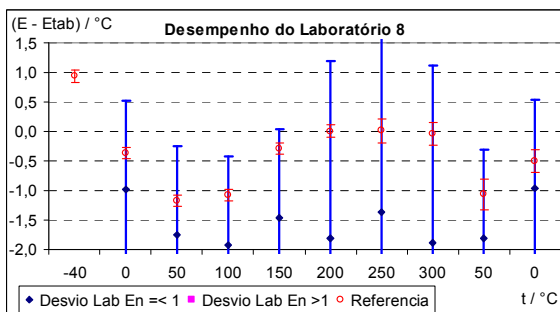


Fig. 31 Gráfico dos resultados do laboratório 8

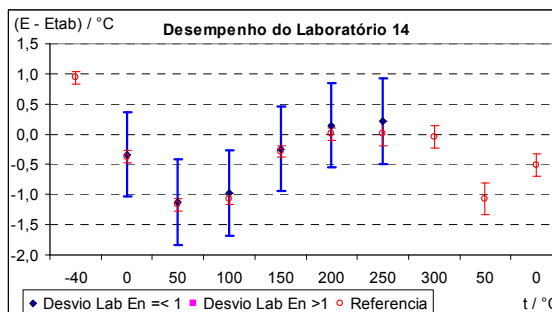


Fig. 32 Gráfico dos resultados do laboratório 14

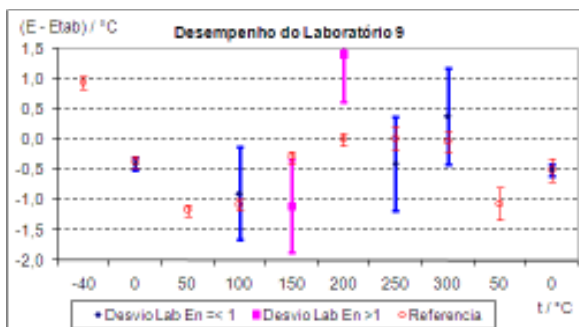


Fig. 33 Gráfico dos resultados do laboratório 9

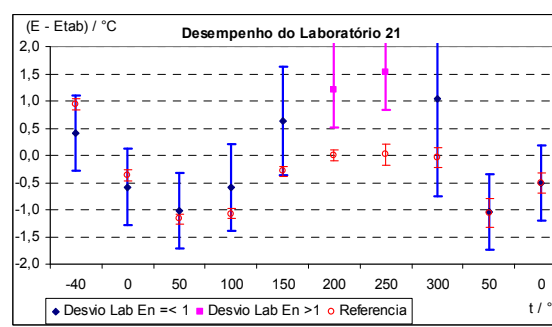


Fig. 34 Gráfico dos resultados do laboratório 21

Comparação interlaboratorial realizada pela CT 11 em 2007
Artefato: termopar de isolamento mineral tipo K entre $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $300\text{ }^{\circ}\text{C}$

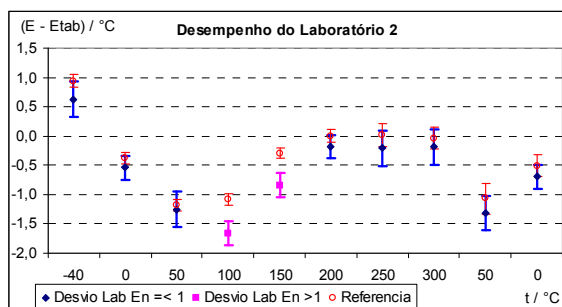


Fig. 35 Gráfico dos resultados do laboratório 2

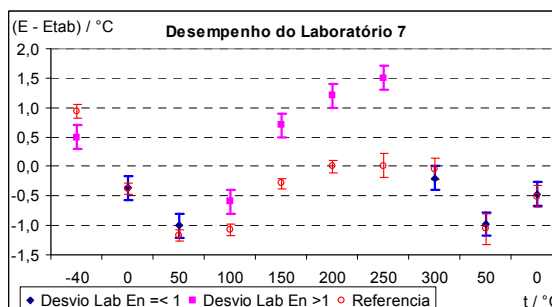


Fig. 36 Gráfico dos resultados do laboratório 7

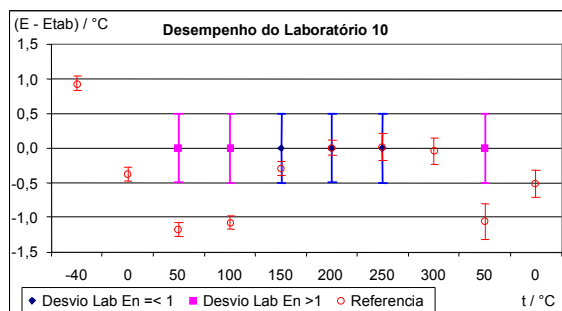


Fig. 37 Gráfico dos resultados do laboratório 10

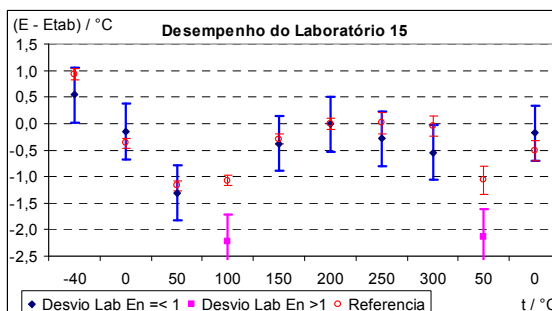


Fig. 38 Gráfico dos resultados do laboratório 15

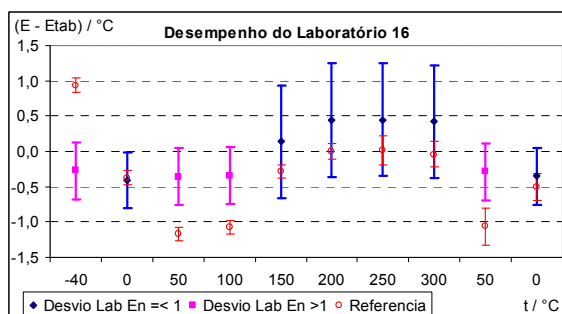


Fig. 39 Gráfico dos resultados do laboratório 16

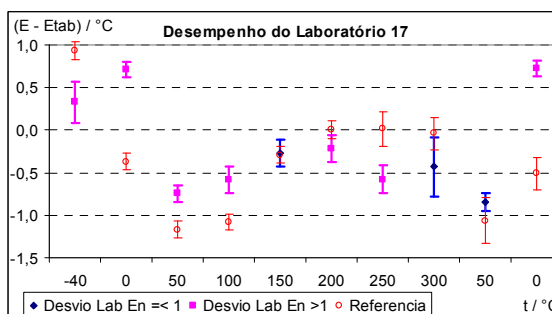


Fig. 40 Gráfico dos resultados do laboratório 17

6. CONCLUSÕES

Embora a literatura [4] cite que a incerteza da calibração de um termopar do tipo K por comparação até a temperatura de $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ possa ser tão pequena quanto $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ nos pontos de calibração, todo laboratório deve examinar cuidadosamente seu procedimento e os resultados obtidos pelo seu procedimento de calibração antes de emitir um certificado de calibração com valores da ordem da referida na norma. Esse documento pressupõe que os materiais do termopar sejam homogêneos e, como se pode verificar neste trabalho, isso pode não ser verdade mesmo com fios novos. Apenas a não homogeneidade ($0,08\text{ }^{\circ}\text{C}$) levantada para um termopar praticamente já atingiu o valor da incerteza referenciada na norma ($0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Também há na literatura a recomendação para a calibração de termopares de fios de metais não nobres novos serem realizada no estado em que eles são recebidos. Como se viu esta recomendação pode ser a pior escolha de um laboratório de calibração. Uma vez que a estabilidade verificada com os três termopares variou entre $0,04\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $0,23\text{ }^{\circ}\text{C}$, a introdução de um teste de estabilidade no procedimento de calibração, produziria resultados com maior confiança. Mesmo que isso não seja possível ao menos

se deveria considerar a introdução na planilha de incerteza de uma contribuição devida a esta fonte de erro na medição, sendo o valor da contribuição retirado da literatura.

Os resultados da comparação surpreenderam muitos dos participantes da comparação. Alguns laboratórios questionaram, a partir do rascunho deste relatório, a estabilidade e homogeneidade dos artefatos. Embora estes aspectos sejam significativos, é importante salientar que os resultados são válidos e propiciam uma excelente fonte para os laboratórios analisarem seus procedimentos de modo a aperfeiçoar a técnica usada no laboratório, bem como a habilidade dos técnicos envolvidos nos serviços de calibração.

A partir dos resultados da seção anterior é esperado que os laboratórios façam uma análise dos procedimentos de calibração de termopares de metais básicos e aproveitem as oportunidades de melhora proporcionadas por esta comparação. O Laboratório de Termometria do Inmetro comprometeu-se em obter alguns termopares com características fem-temperatura estáveis e homogeneidade conhecida para a realização de uma próxima comparação estrela que propiciará avaliar a eficácia das ações dos laboratórios.

Além disso, pode-se também concluir que os procedimentos de avaliação das incertezas de alguns laboratórios podem estar incompletos ou com componentes de incerteza subestimados, impactando diretamente na obtenção de resultados não compatíveis. Por outro lado, também se pode concluir que em alguns outros laboratórios os componentes de incerteza estão nitidamente superestimados, o que não é problema para a obtenção de resultados compatíveis, mas que não retrata a real capacidade de medição do laboratório.

REFERÊNCIAS

1. Cesar Leopoldo de Souza, Avaliação metrológica da estabilidade termoelétrica do termopar tipo K, DISSERTAÇÃO DE MESTRADO, Programa de Pós-graduação em Metrologia, para a Qualidade Industrial, PUC RJ, Junho de 2003, pág. 24.
2. R.E. Bedford et al, Techniques for approximating the ITS-90, BIPM Working Group 2, 1990, pp148-149.
3. Guia para a Expressão de Incerteza de Medição.
4. Standard Method for Calibration of Thermocouples by Comparison Techniques – ASTM |E 220-86(96)