

Carlos Eduardo de Oliveira Chaves

# Confiabilidade metrológica da medição de elevadas temperaturas em processos industriais

#### Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre do Programa de Pós-Graduação da PUC-Rio. Área de Concentração: Metrologia para Qualidade e Inovação.

Orientador: Alcir de Faro Orlando, PhD, Stanford. PUC-Rio

Co-orientador Paulo Roberto da Fonseca Santos, MSc, PUC-Rio. Inmetro

# Confiabilidade metrológica da medição de elevadas temperaturas em processos industriais

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Metrologia da PUC-Rio. Área de Concentração: Metrologia para Qualidade e Inovação. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

> Alcir de Faro Orlando, PhD, Stanford Orientador PUC-Rio

Paulo Roberto da Fonseca Santos, MSc, PUC-Rio Coorientador Inmetro

Luiz Fernando Alzuguir Azevedo, PhD, Minnesota PUC-Rio

> Humberto Siqueira Brandi, PhD, MIT UFRJ

Carlos Alberto Aragão de Carvalho, PhD, Princeton UFRJ

#### José Eugênio Leal

Coordenador Setorial de Pós-Graduação do Centro Técnico Científico PUC-Rio

Rio de Janeiro, 16 de agosto de 2004

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

#### Carlos Eduardo de Oliveira Chaves

Graduou-se em Engenharia Mecânica pela PUC-Rio (Pontificia Universidade Católica do Rio de Janeiro) em 1996. É responsável pelo Laboratório de Metrologia das Indústrias Nucleares do Brasil (INB).

Ficha Catalográfica

Chaves, Carlos Eduardo de Oliveira

Confiabilidade metrológica da medição de elevadas temperaturas em processos industriais / Carlos Eduardo de Oliveira Chaves ; orientador: Alcir de Faro Orlando ; coorientador: Paulo Roberto da Fonseca Santos. Rio de Janeiro : PUC-Rio, Programa de Pós-Graduação em Metrologia, 2004.

136 f. : il ; 30 cm

Dissertação (mestrado) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Programa de Pós-Graduação em Metrologia. Área de Concentração: Metrologia para Qualidade e Inovação.

Incluí referências bibliográficas.

1.Metrologia – Teses. 2.Metrologia térmica. 3.Radiação eletromagnética. 4.Radiação infravermelha. 5.Detectores de radiação. 6.Pirômetro infravermelho. 7.Altas temperaturas. 8.Calibração. 9.Incerteza de medição. I. Orlando, Alcir de Faro. II. Santos, Paulo Roberto da Fonseca III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Programa de Pós-Graduação em Metrologia. Área de Concentração: Metrologia para Qualidade e Inovação.. IV. Título

Para os meus pais, Sebastião e Heloisa, pela educação, carinho e estímulo ao estudo.

Para a minha esposa, Ana Beatriz, pelo carinho, apoio e motivação.

Para minha avó, Célia Millen, pelo apoio, força e garra.

Para a minha querida tia, Nair Millen, pelos fundamentos cristãos.

Para meus tios, Paulo César e Luiz Fernando, pelo carinho e incentivo constante.

Para meus irmãos Ana Luiza e Luiz Claudio, pela confiança e amizade.

Para Nosso Senhor Jesus Cristo, pela vida que em mim se encerra e a saúde que me faz lutar.

#### Agradecimentos

Ao meu orientador Professor Alcir de Faro Orlando, pelo estímulo, orientação, conhecimento e parceria para realização deste trabalho.

Ao meu co-orientador Engenheiro Paulo Roberto da Fonseca Santos, pelos ensinamentos e a infraestrutura que proporcionou junto ao Inmetro.

Ao amigo Renato Teixeira, pelo valoroso trabalho e grandes ensinamentos.

Ao Inmetro, pela utilização de seus laboratórios.

A INB, pela oportunidade ímpar que me possibilitou cursar e finalizar meu curso de mestrado na PUC-Rio.

Aos meus amigos Willians Portela, Luiz, Anselmo, Alfredo e Marcelo e as amigas Bianca, Cristiane e Olívia, por todo apoio, motivação e carinho.

Aos professores que participaram da comissão examinadora.

A todos os professores e funcionários do Departamento pelos ensinamentos e pela ajuda.

A inestimável Eliane Albernaz, por todo o seu auxílio e zelo na secretaria do Departamento.

A todos os amigos e familiares que de uma forma ou outra me estimularam e ajudaram.

Chaves, Carlos Eduardo de Oliveira. **Confiabilidade metrológica da medição de elevadas temperaturas em processos industriais.** Rio de Janeiro, 2004. 136p. Dissertação de Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Metrologia. Área de atuação: Metrologia para Qualidade e Inovação, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

A confiabilidade metrológica da medição de elevadas temperaturas em processos industriais é importante para a segurança, qualidade e as características de produtos de diversas indústrias do Brasil. Devido ao fato de que a rastreabilidade dos resultados de uma calibração de termômetro de radiação infravermelha, utilizado para a medição de processos industriais, é assegurada pelo Inmetro (Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial) até 1500°C, e levando-se em consideração que as condições de calibração em laboratórios são normalmente diferentes das de medição na indústria, um procedimento foi desenvolvido e validado nesta dissertação para analisar a confiabilidade da mesma em temperaturas mais elevadas (1750°C), estimando-se os valores de erros sistemáticos e de incerteza de medição da temperatura em um forno industrial.

#### Palavras-chave

Metrologia térmica, radiação eletromagnética; radiação infravermelha; detectores de radiação; pirômetro infravermelho; altas temperaturas; calibração; incerteza de medição. Chaves, Carlos Eduardo de Oliveira. Accuracy of high temperature measurement in industrial processes. Rio de Janeiro, 2004. 136p. MSc. Dissertation - Programa de Pós-Graduação em Metrologia. Área de atuação: Metrologia para Qualidade e Inovação, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

The accuracy of high temperature measurement in industrial processes is important for safety reasons and product quality and specification in different industries. Due to the fact that the traceability of temperature measurement by infrared thermometers, as used in industrial processes, is only assured by Inmetro (National Institute for Metrology, Standards and Industrial Quality) up to 1500°C, and considering that the calibration conditions in laboratory are normally different from measurement conditions in industry, a procedure in the dissertation was developed and validated to analyze the accuracy of higher temperature measurement (1750°C), estimating systematic errors and uncertainty of measurement of temperature in a industrial furnace.

#### Keywords

Thermal metrology, electromagnetic radiation, infrared radiation, radiation detectors, radiation pyrometers, high temperature, calibration, measurement uncertainty

# Sumário

### Introdução

| 1 Indústrias Nucleares do Brasil                                   | 19 |
|--|----|
| 1.1. Ciclo do Combustível Nuclear                                  | 20 |
| 1.1.1. Mineração e Beneficiamento                                  | 20 |
| 1.1.2. Conversão   | 22 |
| 1.1.3. Enriquecimento  | 22 |
| 1.1.4. Reconversão   | 23 |
| 1.1.5. Processo de fabricação de pastilhas                         | 24 |
| 1.1.6. Elemento Combustível  | 25 |
| 1.2. Sinterização de pastilhas de dióxido de urânio                | 26 |
| 1.3. Forno de sinterização   | 27 |
| 1.3.1. Zona de Acionamento   | 29 |
| 1.3.2. Zona de Pré-Sinterização                                    | 29 |
| 1.3.3. Zona de Sinterização  | 30 |
| 1.3.4. Zona de Resfriamento  | 33 |
| 1.3.5. Tampa de Entrada  | 33 |
| 1.3.6. Tampa de Saída  | 33 |
| 1.3.7. Carcaça do Forno  | 33 |
| 2 Base Teórica   | 34 |
| 2.1. Radiação Eletromagnética                                      | 34 |
| 2.2. Radiação Térmica  | 36 |
| 2.3. Resumo histórico  | 37 |
| 2.4. Base teórica para medição de temperatura a partir da radiação |    |
| infravermelha  | 40 |
| 2.4.1. Lei de Kirchoff   | 40 |
| 2.4.2. Lei de Stefan e Boltzmann                                   | 40 |
| 2.4.3. Lei do Deslocamento de Wien                                 | 41 |
| 2.5. Propriedades da radiação eletromagnética                      | 42 |

| 2.6. Princípio de funcionamento de um pirômetro infravermelho         | 47     |
|---|--------|
| 2.7. Tipos de Pirômetro Infravermelhos                                | 48     |
| 2.7.1. Pirômetros com faixa espectral extensa (broadband)             | 48     |
| 2.7.2. Pirômetros com faixa espectral estreita (narrow band)          | 49     |
| 2.7.3. Pirômetros com razão espectral (ratio)                         | 50     |
| 2.8. Detectores   | 52     |
| 2.8.1. Detectores Quânticos   | 53     |
| 2.8.1.1. Detectores fotocondutivos                                    | 53     |
| 2.8.1.2. Detectores fotovoltáicos                                     | 53     |
| 2.8.2. Detectores Térmicos  | 54     |
| 2.8.2.1. Detectores que funcionam de acordo com o efeito Seebeck      | 55     |
| 2.8.2.2. Detectores ferroelétricos                                    | 55     |
| 2.9. Índices de mérito para caracterização estática e dinâmica        | 58     |
| 2.9.1. Pirômetros com detectores quânticos                            | 58     |
| 2.9.2. Pirômetros com detectores térmicos                             | 58     |
| 2.10. Calibração  | 59     |
| 2.11. Aplicações práticas   | 62     |
|   |        |
| 3 Metodologia Experimental  | 66     |
| 3.1. Introdução   | 66     |
| 3.2. Laboratórios acreditados pela RBC para calibração de termômetros | s de   |
| radiação infravermelha  | 67     |
| 3.2.1. Usinas Siderúrgicas de Minas Gerais S/A – USIMINAS             | 67     |
| 3.2.2. Companhia Siderúrgica de Tubarão – CST                         | 67     |
| 3.3. Padrão de transferência e o objeto da calibração                 | 68     |
| 3.3.1. Padrão de transferência[Anexo 1]                               | 68     |
| 3.3.2. Objeto da Calibração   | 69     |
| 3.4. Metodologia Experimental   | 69     |
| 3.4.1. Calibração de Termômetros de Radiação Infravermelha no Inmet   | iro 69 |
| 3.4.1.1. Fontes de Radiação Eletromagnética                           | 70     |
| 3.4.1.1.1. Cavidade de corpo negro de média temperatura               | 70     |
| 3.4.1.1.2. Cavidade de corpo negro de alta temperatura                | 70     |
| 3.4.1.2. Termômetros de radiação – Pirômetros                         | 70     |

| 3.4.1.2.1. Pirômetro Padrão Primário   | 70   |
|--|------|
| 3.4.1.3. Instrumento de Leitura de Tensão                                      | 71   |
| 3.4.1.3.1. Multímetro  | 71   |
| 3.4.2. Calibração do Padrão de Transferência                                   | 71   |
| 3.4.2.1. Principais fontes de incerteza na calibração do padrão de             |      |
| transferência  | 74   |
| 3.4.2.1.1. Padrão de referência da cavidade de corpo negro de média            |      |
| temperatura ( <i>u<sub>padrão média</sub></i> )                                | 74   |
| 3.4.2.1.2. Padrão de referência da cavidade de corpo negro de alta             |      |
| temperatura ( <i>u<sub>padrão alta</sub></i> )                                 | 74   |
| 3.4.2.1.3. Resolução do objeto ( <i>u</i> <sub>res</sub> )                     | 74   |
| 3.4.2.1.4. Estabilidade da temperatura da cavidade de corpo negro              |      |
| (U <sub>estabilidade</sub> ).  | 74   |
| 3.4.2.1.5. Distância focal do objeto ( <i>u</i> <sub>focal</sub> )             | 74   |
| 3.4.2.1.6. Multímetro utilizado nas medições de tensão do padrão de            |      |
| referência da cavidade de corpo negro de média temperatura (umultimetro        | ,)75 |
| 3.4.2.2. Incerteza de medição para a calibração do padrão de                   |      |
| transferência(u <sub>calibração</sub> ) no Laboratório de Pirometria (Lapir)   | 75   |
| 3.4.3. Medição do "Objeto da Calibração" na INB                                | 76   |
| 3.4.3.1. Procedimento de calibração  | 76   |
| 3.4.3.2. Principais fontes de incerteza na calibração do sensor de             |      |
| temperatura do forno de sinterização   | 79   |
| 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  | 79   |
| 3.4.3.2.2. Vidro da janela de inspeção do forno de sinterização( $u_{vidro}$ ) | 79   |
| 3.4.3.2.2.1. Procedimento para determinação do erro sistemático devid          | o ao |
| vidro da janela de inspeção  | 80   |
| 3.4.3.2.2.2. Validação do procedimento para determinação do erro               |      |
| sistemático devido ao vidro da janela de inspeção                              | 84   |
| 3.4.3.2.2.3. Incerteza de medição devido à presença do vidro $(u_{vidro})$     | 84   |
| 3.4.3.2.3. Estabilidade da temperatura no interior do forno de                 |      |
| sinterização(u <sub>estabilidade</sub> )                                       | 85   |

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( $u_{corpo}$ 86 negro) 3.4.3.2.5. Medição da tensão gerada pelo sensor de temperatura do forno de 88 sinterização(*u<sub>medição tensão</sub>*) 3.4.3.2.6. Medição da temperatura da junção de referência do sensor de 88 temperatura(*u<sub>medicão iuncão</sub>*) 3.4.4. Incerteza de medição para a calibração do sensor de temperatura do forno de sinterização "objeto da calibração" (Uobjeto da calibração) na INB 89 4 Resultados de Calibração, Medição e Incerteza de Medição 90 4.1. Resultados da calibração do padrão de transferência 90 4.2. Resultados do procedimento de calibração do sensor de temperatura do forno de sinterização na INB "objeto da calibração" 91 4.3. Planilha de Incerteza de medição para o padrão de transferência(u<sub>medicão</sub>) item 3.4.3.2.1 93 4.4. Resultados do procedimento para determinação do erro sistemático devido ao vidro da janela de inspeção 94 4.4.1. Resultados da medição de transmissividade do vidro temperado 95 comum com 2mm de espessura, Fig.50(item 3.4.3.2.2.1 letra (b)) 4.4.2. Resultados da medição de transmissividade do vidro do forno de sinterização de 5mm de espessura, Fig.51(item 3.4.3.2.2.1 letra (b)) 96 4.4.3. Resultados numéricos para o cálculo da potência emissiva hemisférica total e potência emissiva hemisférica na faixa espectral 97 4.4.4. Validação do procedimento para determinação do erro sistemático devido a presença do vidro da janela de inspeção 100 4.5. Incerteza de medição devido à presença do vidro $(u_{vidro})$  item 3.4.3.2.2.3 100 4.6. Resultados do monitoramento da temperatura no interior do forno de sinterização item 3.4.3.2.3 101

4.6.1. Considerar que o interior do canal do forno de sinterização aproximase do comportamento ideal de uma cavidade de corpo negro( $u_{corpo negro}$ ) item 3.4.3.2.4 102 4.6.2. Planilha de incerteza para a medição da tensão gerada pelo sensor de temperatura do forno de sinterização ( $u_{medição tensão}$ ) item 3.4.3.2.5 102 4.6.3. Planilha de incerteza de medição para a medição da temperatura da junção de referência do sensor de temperatura ( $u_{medição junção}$ ) item 3.4.3.2.6 103

4.6.4. Planilha de incerteza de medição para a calibração do sensor de<br/>temperatura do forno de sinterização "objeto da calibração" (uobjeto da calibração)<br/>na INB item 3.4.41044.6.5. Resultados da calibração do sensor de temperatura "objeto da<br/>calibração" na INB1055 Conclusões1066 Referências bibliográficas109

Anexos 111

# Lista de figuras

| Figura 1 - FCN-2 Fábrica de Reconversão e Pastilhas[2].                          | 19                   |  |
|--|----------------------|--|
| Figura 2 - FCN-1 – Fábrica de componentes e montagem do elemento                 |                      |  |
| combustível[2].  | 20                   |  |
| Figura 3 INB-Caetité – Mineração e beneficiamento de urânio[2].                  | 21                   |  |
| Figura 4 - Concentrado de urânio, denominado "yelowcake"[2].                     | 21                   |  |
| Figura 5 – Cilindro contendo o gás hexafluoreto de urânio (UF <sub>6</sub> )[2]. | 22                   |  |
| Figura 6 – Pó de dióxido de urânio (UO <sub>2</sub> )[2].                        | 23                   |  |
| Figura 7 – Pastilhas de dióxido de urânio[2].                                    | 24                   |  |
| Figura 8 – Processo de fabricação de pastilhas de dióxido de urânio[2].          | 24                   |  |
| Figura 9 – Bocal inferior, grade espaçadora e varetas de um elemento             |                      |  |
| combustível[2].  | 25                   |  |
| Figura 10 – Mecanismo esquemático de sinterização de partículas.                 | 26                   |  |
| Figura 11 – Variação de densidade de uma pastilha de dióxido de urânie           | 0                    |  |
| sinterizada em função da temperatura e do tempo.                                 | 27                   |  |
| Figura 12 – Forno de sinterização de pastilhas de dióxido de urânio (UC          | D <sub>2</sub> )[2]. |  |
|  | 28                   |  |
| Figura 13 – Desenho esquemático de construção do forno de sinterizaç             | ão[4].               |  |
|  | 28                   |  |
| Figura 14 – Desenho esquemático das navetas com pastilhas de dióxido de          |                      |  |
| urânio[4].   | 29                   |  |
| Figura 15 – Vista superior em corte da região de sinterização, as áreas          |                      |  |
| hachuradas são tijolos refratários, as dimensões estão em milímetros.            | 31                   |  |
| Figura 16 – Vista lateral em corte e detalhe do canal de sinterização, as        | ;                    |  |
| dimensões estão em milímetros.   | 32                   |  |
| Figura 17 - Radiação eletromagnética descrita pela teoria clássica.              | 34                   |  |
| Figura 18 - Espectro eletromagnético e a região do espectro                      |                      |  |
| infravermelho[5].  | 35                   |  |
| Figura 19 - Radiação característica de um corpo negro em relação a sua           |                      |  |
| temperatura[6].  | 39                   |  |

| Figura 20 - Propriedades da radiação eletromagnética ao atingir um ma    | terial |
|--|--------|
| semitransparente[6].   | 42     |
| Figura 21 - Cavidade esférica que simula um corpo negro[9].              | 43     |
| Figura 22 - Tabela de valores de emissividade para diversos materiais[9  | 9].46  |
| Figura 23 - Conceito antigo de medição de temperatura por radiação       |        |
| infravermelha[6].  | 47     |
| Figura 24 - Conceito moderno de medição de temperatura por radiação      |        |
| infravermelha[9].  | 48     |
| Figura 25 - Tabela de materiais fotocondutivos[13].                      | 53     |
| Figura 26 - Tabela de materiais fotovoltáicos[13].                       | 54     |
| Figura 27 – Circuito amplificador para ser usado com sensores            |        |
| fotovoltaicos[13].   | 54     |
| Figura 28 - Tabela de materiais ferroelétricos usados em pirometria[13]. | 55     |
| Figura 29 - Amplificador de entrada tipo FET para sensores               |        |
| ferroelétricos[13].  | 57     |
| Figura 30 - Voltagem de saída de pirômetros ferroelétricos resultante da | 1      |
| variação de temperatura[13].   | 57     |
| Figura 31 – Informações técnicas para caracterização dos índices de m    | érito  |
| de detectores quânticos[9].  | 58     |
| Figura 32 – Informações técnicas para caracterização dos índices de m    | érito  |
| de detectores térmicos[9].   | 58     |
| Figura 33 - Construção típica de um forno para calibração de pirômetros  | 3      |
| infravermelhos[9].   | 59     |
| Figura 34 - Típica calibração de pirômetros infravermelhos[9].           | 60     |
| Figura 35 – Incerteza de medição para diversos tipos de pirômetros       |        |
| infravermelhos[15].  | 61     |
| Figura 36 – Informações técnicas para aquisição de pirômetros[9].        | 62     |
| Figura 37 – Medições de temperatura sem contato com o objeto[9].         | 63     |
| Figura 38 – Medições de altas temperaturas (maiores do que 1300°C) o     | nde    |
| outros tipos de termômetros de contato não podem ser usados[9].          | 63     |
| Figura 39 – Medições de temperaturas em objetos móveis[9]                | 64     |

Figura 40 – Medições de temperatura em objetos que se encontram fisicamente inacessíveis e/ou em lugares com alto nível de periculosidade, como por exemplo: ambientes explosivos, reatores nucleares, redes de alta tensão, etc...[9]. 64 Figura 41 – Produção de imagens térmicas[9] 65 Figura 42 – Exemplo de um tipo de pirômetro infravermelho[9]. 65 Figura 43 – Esquema da calibração de termômetro de radiação 72 infravermelha (Lapir). Figura 44 – Desenho esquemático da calibração do sensor de temperatura do forno de sinterização na INB. 77 Figura 45 – Desenho esquemático para análise de transferência de calor por radiação. 86 Figura 46 – Circuito elétrico de transferência de calor por radiação 86 Figura 47 – Circuito elétrico de transferência de calor por radiação simplificado. 87 Figura 48 – Ajuste dos resultados experimentais de calibração. 91 Figura 49 – Ajuste dos resultados experimentais da calibração com o vidro. 95 Figura 50 – Resultado da medição de transmissividade do vidro comum.95 Figura 51 – Resultado da medição de transmissividade do vidro comum.96

Figura 52 – Ajuste dos resultados obtidos numericamente para a razão entre as potências emissivas hemisféricas recebida pelo padrão de transferência.

98

# Lista de tabelas

| Tabela 1- Resultados da Calibração do Padrão de Transferência            | 90  |
|--|-----|
| Tabela 2- Temperatura do Circuito 1,2 e 3 medida com o padrão de         |     |
| transferência na temperatura nominal de operação do forno de             |     |
| sinterização 1750°C  | 91  |
| Tabela 3 - Tensão lida no sensor de temperatura dos Circuitos 1,2 e 3    |     |
| medida com o multímetro  | 92  |
| Tabela 4 - Resistência lida na junção de referência do sensor de         |     |
| temperatura dos Circuitos 1,2 e 3 medida com a termoresistência e o      |     |
| multímetro   | 92  |
| Tabela 5 - Calibração do Padrão de Transferência com o vidro tempera     | do  |
| comum(item 3.4.3.2.2.1 letra (a))  | 94  |
| Tabela 6 – Potência emissiva hemisférica total e potência emissiva       |     |
| hemisférica na faixa espectral de operação recebida pelo padrão de       |     |
| transferência(item 3.4.3.2.2.1 letra (d)).                               | 97  |
| Tabela 7 – Razão entre as potências emissivas hemisféricas recebida      |     |
| pelo padrão de transferência para cada temperatura de calibração(item    |     |
| 3.4.3.2.2.1 letra (d)).  | 98  |
| Tabela 8 - Erro sistemático de leitura do padrão de transferência devido | ) à |
| presença do vidro do forno de sinterização de 5mm para as temperatura    | as  |
| da tabela 4.1(item 3.4.3.2.2.1 letra (e)).                               | 99  |
| Tabela 9- Erro sistemático de leitura do padrão de transferência devido  | à   |
| presença do vidro do forno de sinterização de 5mm para as temperatura    | as  |
| da Tabela 2(item 3.4.3.2.2.1 letra (e)).                                 | 99  |
| Tabela 10 - Resultados para a validação do procedimento(item             |     |
| 3.4.3.2.2.2)   | 100 |
| Tabela 11 - Monitoramento da temperatura do canal do forno de            |     |
| sinterização.  | 101 |