



JORNADAS DE DESARROLLO E INNOVACION  
OCTUBRE 2000

Instrumentación, Control y Metrología

Precompetitivo

Desarrollo Tecnológico

# Aplicación de transformaciones de fase de materiales puros y aleaciones de dos componentes en crisoles de punto fijo miniatura

S. Augustin, D. Boguhn, M. Tischler\*, F. Bernhard, H. Mammen  
Ilmenau Technical University  
Institute of Process Measurement and Sensor Technology  
P.O. Box 100565, D-98684 Ilmenau, Germany

\* Instituto Nacional de Tecnología Industrial, Departamento de Patrones Nacionales de Medida, C. C. 157-1650, San Martín, Argentina

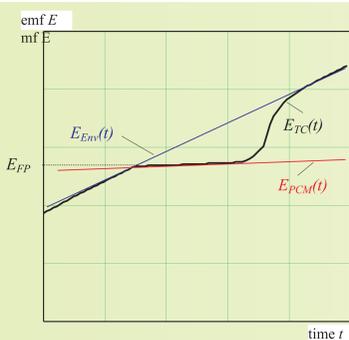
## Fundamentos

La Escala Internacional de Temperatura ITS-90 es la base para la medición de temperatura en ciencia e industria. Esta escala se basa en los llamados puntos fijos termométricos. En la gama de temperaturas superiores a 0 °C se trata de procesos de solidificación de metales de alta pureza (99,9999%) que proveen una temperatura constante con una reproducibilidad de pocos milikelvin (1 kelvin = 1 K = 1 °C).

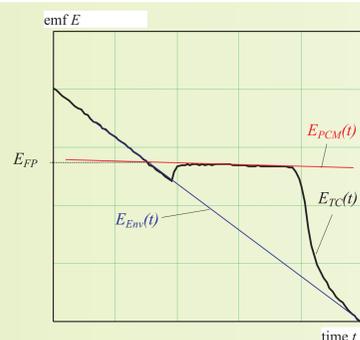
Cuando se funden estos metales en condiciones controladas, durante la existencia de fases líquida y sólida se logra una temperatura constante debido a la absorción de calor latente. Recién cuando todo está líquido la temperatura comienza a subir. Cuando se trata de enfriar lentamente el sistema, suele aparecer el fenómeno de sobreenfriamiento seguido por nucleación. Iniciada ésta, se vuelve a mantener la temperatura constante al ceder el calor latente almacenado. Recién cuando todo el metal solidificó comienza a caer la temperatura.

Para muchos materiales puros, así como para mezclas eutécticas y también sales, se conocen las temperaturas de estos estados de equilibrio de fases con alta exactitud y se utilizan para calibrar sensores de temperatura.

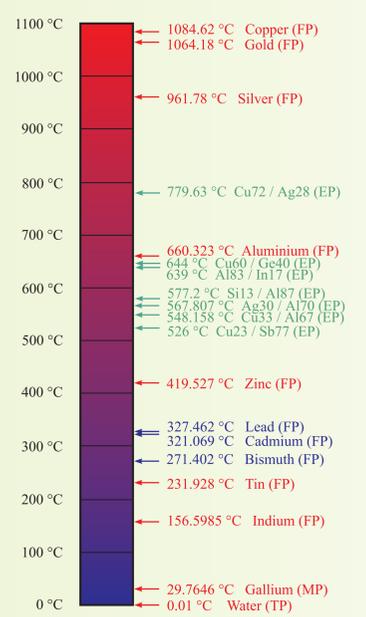
El principio de las termocuplas con punto fijo miniatura fue desarrollado en el INTI. Se basa en integrar directamente en los termómetros sustancias apropiadas, encapsuladas en celdas miniatura. Durante la variación de temperatura en un proceso dado, o mediante la inducción de calentamiento o enfriamiento, puede notarse fácilmente el cambio de fase de la sustancia integrada en el termómetro. De esta manera pueden realizarse sistemas de medición que pueden autocalibrarse de manera automática en el valor de temperatura que corresponde a la sustancia seleccionada. El resultado es una significativa reducción en la incertidumbre de medición del sensor de temperatura.



Registro del proceso de fusión y solidificación de una termocupla que incluye un punto fijo miniatura, con los parámetros característicos de la señal medida.



Fuerza electromotriz medida  
Fuerza electromotriz asignada a la temperatura del punto fijo  
Rectas de ajuste por regresión



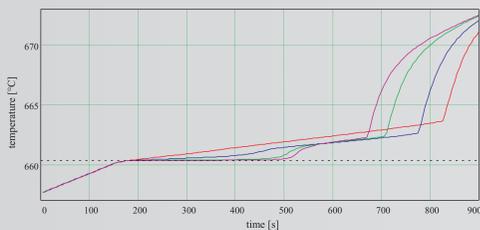
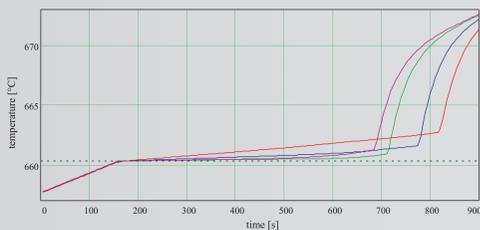
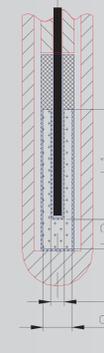
Defining fixed points of the ITS-90  
Secondary reference points  
Phase-change temperatures of binary alloys

En el caso de termocuplas, es bien conocido que la relación Fuerza Electromotriz - Temperatura varía en el tiempo a medida que se van usando. Esto se debe a procesos físico-químicos locales como difusión, reacción química, contaminación, etc. que varían de manera impredecible tanto con el tiempo como con la temperatura. Los errores de medición de temperatura que de ello resulta (frecuentemente varios kelvin) son difíciles de detectar y corregir. Aún recalibraciones de las termocuplas en laboratorio permiten reducir este error de manera limitada. Una solución tecnológicamente significativa consiste en la integración de puntos fijos miniatura en las termocuplas mismas.

Una recalibración automática de la termocupla en su posición de trabajo (calibración "in situ") es en principio posible, al registrarse la variación de fuerza electromotriz generada en función del tiempo durante el proceso de cambio de fase de la sustancia integrada. La relación temperatura-fuerza electromotriz puede entonces ser corregida con el valor que se obtiene del análisis automático de la curva obtenida.

## Simulaciones numéricas para el diseño optimizado del punto fijo miniatura

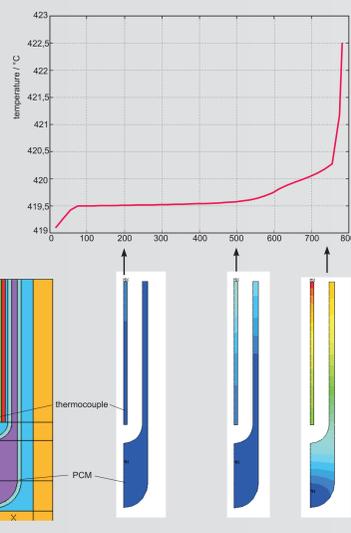
Modelo calculado



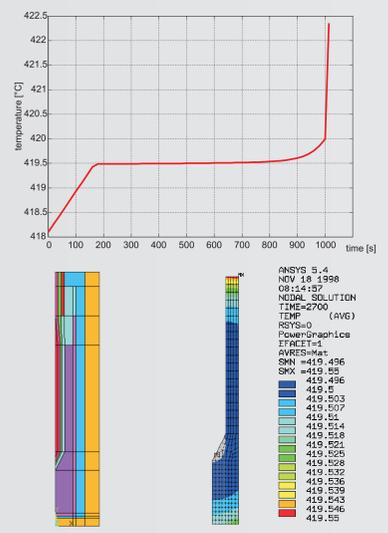
- Material que cambia de fase
- Cerámica
- Crisol
- Sensor de temperatura

- $L_1=0.25 \cdot L_2$
- $L_1=L_2$
- $L_1=3 \cdot L_2$
- $L_1=5 \cdot L_2$

Simulación numérica de la curva de transición de fase medida con el sensor de temperatura y punto fijo miniatura, según la geometría del sistema; Sistema modelado: Crisol cerámico de  $Al_2O_3$  conteniendo Aluminio (izquierda). A la derecha: curvas de transición de fase calculadas para diferentes profundidades de inmersión  $L_1$  y relaciones de diámetros (arriba para  $d/D=2$  y abajo para  $d/D=1.15$ )



Simulación numérica de la variación temporal de la temperatura medida con la termocupla (arriba) con la correspondiente distribución de temperatura calculada en el punto fijo miniatura (conteniendo Zinc) para distintos tiempos durante la transición de fase (abajo en el centro). Abajo a la izquierda se ve la representación esquemática de la geometría del modelo.



Simulación numérica de la variación temporal de la temperatura medida con la termocupla (arriba) con la correspondiente distribución de temperatura (abajo en el centro) de un diseño mejorado de punto fijo miniatura (abajo izquierda).

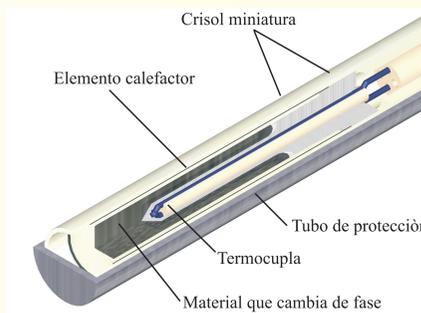
## Termocuplas con punto fijo miniatura de utilización industrial

### Ventajas

- Con respecto a termocuplas convencionales :
  - Trazabilidad directa a la Escala Internacional de Temperatura ITS-90
  - Minimización de los errores de medición producidos por la distribución de temperatura y variaciones físico-químicas de la termocupla mediante frecuentes calibraciones "in situ" definidas por las condiciones del proceso o mediante variaciones de temperatura inducidas para ese fin
  - Disminución significativa de la incertidumbre de medición a menos de 1,5 K para toda la secuencia de medición, mediante la detección y corrección de efectos de descalibración de largo plazo
  - Diagnóstico automático.

### Posibles aplicaciones :

- Patrones de referencia y termómetros de precisión en sistemas de calibración y laboratorios
- Patrones de control para la verificación periódica "in situ" de sensores de temperatura, convencionales industriales, empleados en centrales de generación de energía
- Termocuplas de trabajo para utilizar durante largos períodos de tiempo en ubicaciones críticas de centrales de generación de energía, que requieren baja incertidumbre de medición.



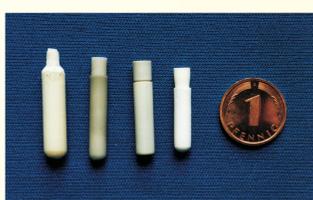
Representación en corte de una termocupla industrial con punto fijo miniatura

Modelo de un sistema de medición con termocupla autocalibrable empleado con éxito en varias centrales de generación de energía durante tiempos largos

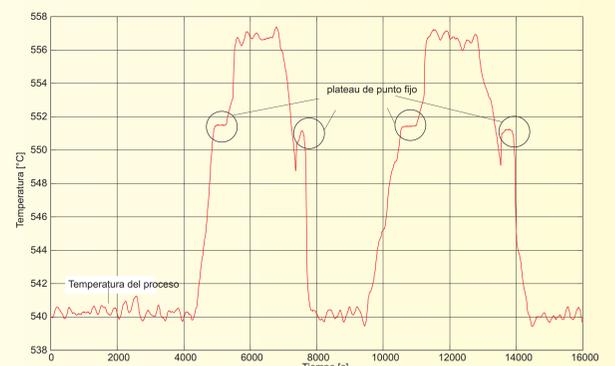


Tubo de protección metálico con varilla cerámica de cuatro capilares

Crisol miniatura conteniendo material de punto fijo y calefacción externa



Celdas de punto fijo miniatura construidas empleando diversos materiales cerámicos



Señal de medición de una termocupla con punto fijo miniatura en servicio dentro de un conducto de vapor caliente a alta presión de una central de generación de energía (los cambios de fase del material del punto fijo fueron inducidos mediante un elemento calefactor integrado).