Un proyecto europeo en metrología de altas temperaturas para aplicaciones industriales

¹D. DEL CAMPO, ²G. MACHIN

¹Centro Español de Metrología, Tres Cantos, Spain.

²National Physical Laboratory, Teddington, United Kingdom

La medida de temperatura por encima de 1000 °C es tanto complicada como vital para el éxito de una gran variedad de procesos industriales; la producción de cerámica y vidrio (de 1100 °C a 2000 °C) o de materiales refractarios (temperaturas por encima de 2500 °C), son claros ejemplos. Muchas de estas industrias requieren una mejora de la eficiencia y del control de sus procesos debido a la creciente preocupación por el medio ambiente ("cero emisiones") y la competencia de países fuera de la Unión Europea. Una de las claves para llevar a cabo avances en este sentido es mediante la mejora del control de los procesos mejorando la medida de alta temperatura.

Dentro del Programa Europeo de Investigación en Metrología (EMRP en sus siglas en inglés) se está desarrollando, desde septiembre de 2011, un proyecto llamado "Metrología de altas temperaturas para aplicaciones industriales" (HiTeMs), con el objetivo fundamental de desarrollar una serie de métodos y técnicas para la medida de alta temperatura en la industria.

Este artículo ofrece una perspectiva general de sus principales objetivos y de las actividades técnicas que están siendo desarrolladas.

A European project on high temperature metrology for industrial applications

The measurement of temperatures above 1000 °C is both difficult and yet vital for the success of a wide range of industrial processes; glass and ceramic manufacturing (1100 °C to 2000 °C) or refractory metals production (2500+ °C) are clear examples. Many of these industries require improved process efficiency/control, because of growing environmental concerns (emissions/"zero waste") and competition from outside the EU. One of the keys to making advances to these drivers is improving process control by improved high temperature measurement.

In the frame of the European Metrology Research Program (EMRP), a project named "High temperature metrology for industrial applications (HiTeMS) with the overall objective of developing a suite of methods and techniques for improving the measurement of high temperatures in industry has been running since September 2011.

This paper gives an overview of the main objectives of the project and the technical activities that are being performed.

1. INTRODUCCIÓN

La medida de la temperatura con exactitud ha sido siempre problemática en el sector industrial. Los procesos industriales en alta temperatura se llevan a cabo, inevitablemente, en ambientes hostiles y en condiciones operacionales que raramente favorecen medidas fiables de temperatura. Dificultades de acceso, altos niveles de ruido eléctrico y un espacio limitado para realizar reparaciones o mantenimiento de los equipos de medida, inciden en contra de la exactitud de las medidas. También existen problemas inevitables relacionados con las medidas a altas temperaturas como el desconocimiento de la emisividad de superficies, altos niveles de radiación térmica de fondo y la necesidad de utilizar termopares que sufren derivas significativas son algunos de ellos.

A menudo se han adoptado soluciones prácticas para asegurar que los procesos se realizan a las temperaturas correctas como las medidas post-proceso (por ejemplo ensayos por lote de alabes de turbinas tras tratamientos térmicos para comprobar que poseen las propiedades metalúrgicas adecuadas) o mediante el reemplazamiento periódico de los sensores o

ventanas (como el reemplazo rutinario de los termopares de W/Re en el tratamiento del combustible nuclear).

Todas estas soluciones son costosas, incrementan las emisiones y los residuos, pero se adoptan por que en la actualidad la termometría no ofrece la suficiente confianza para proporcionar medidas con el nivel de exactitud requerida. Para conseguir mejoras significativas, son imprescindibles grandes inversiones, por lo que es necesario llevar a cabo proyectos de investigación coordinados entre distintas instituciones.

HiTeMS [1] es un proyecto de investigación con una duración de tres años en el que participan quince socios y está financiado parcialmente por el Programa Europeo de Investigación en Metrología (EMRP en sus siglas en inglés, www.emrponline.eu). Los socios de este proyecto son Institutos Nacionales de Medida: Nacional Physical Laboratory (coordinador), Centro Español de Metrología, Czech Metrology Institute, Conservatoire National des Arts et Metiers, Laboratoire National de Métrologie et d'Essais, Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica, Physikalisch-Technische

Bundesanstalt, Slovak Institute of Metrology, Turkish National Metrology Institute, The Dutch National Metrology Institute y varias empresas industriales: GDF-Suez (GDF, France), Meggitt Sensing Systems (MSS, UK), Commissariat a l'Energie Atomique (CEA, France), Endress+Hauser (E+H, Germany) y el Fraunhofer Institute for Material and Beam Technology (FhG, Germany), especialista en soldadura láser y procesamiento de materiales.

El objetivo de la investigación es desarrollar una serie de métodos y técnicas que mejorarán significativamente la medida de alta temperatura en la industria, tanto por métodos de contacto como sin contacto, hasta, al menos, 2500 °C proporcionando, además trazabilidad in-situ a la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90) [2] para ello, HiTeMs abordará los siguientes problemas habituales en la medida de altas temperaturas:

- Termometría sin contacto:
 - Emisividad y radiación reflejada, trazabilidad in situ.
 - Correcciones por las variaciones del camino óptico y la influencia de las ventanas hasta 2500 °C.
 - Medidas trazables en tiempo real en procesamiento de materiales por láser.
- Termometría de contacto:
 - Estudio del envejecimiento de termopares de metales comunes y de derivas de termopares de metales comunes y nobles.
 - Auto-validación in situ de sensores de temperatura hasta, al menos, 2000 °C.
 - Determinación de funciones de referencia de termopares no estandarizados a alta temperatura con bajas incertidumbres.

El proyecto se inició en septiembre de 2011, este artículo presenta un resumen de los trabajos técnicos que están siendo llevados a cabo para abordar estos desafíos.

2. NUEVOS MÉTODOS Y TÉCNICAS PARA LA MEDIDA DE TEMPERATURA SIN CONTACTO

Los termómetros utilizados para la medida de la temperatura sin contacto casi siempre realizan el control de los procesos a través de una ventana que se va contaminando de forma progresiva y que no puede ser sustituida durante los mismos, lo que obliga a programar paradas para poder proceder a su limpieza o sustitución. Además el desconocimiento y la variación de la emisividad de las superficies y de las reflexiones del fondo son causas significativas de incertidumbre que pueden llegar fácilmente a ser de varias decenas de grados Celsius (e incluso hasta 100 °C) lo que implica que los controles de proceso adoptados están lejos de ser óptimos. La necesidad de nuevos y probados métodos para corregir los errores de medida por emisividad y radiación de fondo son acuciantes.

2.1. La medida de la temperatura de superficie

La termometría de radiación, siendo un método termométrico sin contacto, es robusta, rápida y en principio

permite medir fácilmente temperaturas incluso por encima de 2500 °C, temperaturas necesarias, por ejemplo, en el procesamiento de materiales. Se adapta de forma excelente a líneas de producción con productos en movimiento donde la contaminación que puedan provocar termómetros de contacto comprometa la calidad o donde éstos sean impracticables por las altas temperaturas. El objetivo del proyecto es reducir las incertidumbres de la medida de la temperatura de superficie, a nivel industrial, manteniendo la trazabilidad.

Aunque la calibración de termómetros de radiación convencionales en alta temperatura es relativamente sencilla en laboratorio, su aplicación industrial no lo es. Esto se debe a que cuando se utilizan los termómetros de radiación en la práctica, la incertidumbre aumenta rápidamente debido a las magnitudes de influencia del emplazamiento de medida. Algunas causas habituales de incertidumbre, que puede ser inaceptablemente grandes en algunos procesos industriales, incluyen errores y variaciones en las propiedades radiativas de la superficie de medida (emisividad), absorción de la señal óptica por los vapores y gases, contaminación progresiva de las ventanas de visión, así como errores en la radiancia medida debida a la presencia de radiación térmica reflejada por fuentes de calor externas. Es fácil encontrar incertidumbres en la medida de temperatura de hasta 100 °C en estas situaciones. A lo largo de los años han habido diferentes intentos para resolver estos problemas. Éstos conllevaban, por lo general, hipótesis físicas sólo aplicables a situaciones de medida específicas o muy bien conocidas. No ha sido posible conseguir, hasta el momento, métodos genéricos para realizar correcciones en termometría de radiación convencional en procesos industriales.

Este proyecto se centra en dos problemas muy concretos: la influencia de la radiación reflejada y el desconocimiento de la emisividad de las superficies de medida. El objetivo es encontrar una solución, más allá del estado del arte, mediante el empleo de puntos fijos de referencia de alta temperatura (cambios de estado de sustancias a temperatura conocida). Se utilizarán distintas técnicas para la determinación de la temperatura de estos puntos fijos que serán utilizados para calcular de forma fiable las correcciones por emisividad y por radiación de fondo empleando un modelo de medida adecuado. Los puntos fijos se introducirán en el emplazamiento de medida y se establecerá un procedimiento de medición menos dependiente de la emisividad (o incluso inmune) y de las radiaciones de fondo y reflejadas. Se establecerán tres métodos diferentes para la determinación de estos puntos de referencia: termometría de radiación en el ultravioleta y a varias longitudes de onda, termometría de radiación "gold-cup" trazable y termometría de radiación de dos colores.

Un problema adicional es el hecho de que la lectura de un termómetro de radiación depende del tamaño del blanco, este error es conocido como Efecto del Tamaño de la Fuente (ETF). Para termómetros de radiación industriales el tamaño de las fuentes de radiación es grande lo que implica un error significativo que no suele ser corregido. En este proyecto se desarrollan asimismo dos métodos para cuantificar el ETF y se proporcionará por primera vez un método para su corrección: uno para determinar ETF grandes para termómetros de radiación y escáneres en línea y un método para determinar el ruido espacial, equivalente a la diferencia de temperatura, para cámaras termográficas, incluyendo el ETF.

2.2. Técnicas de medida de temperatura hasta 2800 °C auto-comprobables

En el rango de 1500 °C hasta 2500 °C, la termometría de radiación constituye la única manera fiable de conocer y controlar la temperatura en ausencia de termopares estables o auto-comprobables. Sin embargo, su exactitud está limitada por muchos factores como se ha comentado anteriormente: insuficiente conocimiento de la emisividad de la superficie, medidas realizadas a través de ventanas en contaminación continua, ambientes gaseosos con el consiguiente desconocimiento de la transmisividad del camino óptico, derivas de los propios termómetros de radiación debido a los ambientes hostiles, etc. La necesidad de controlar los procesos con un termómetro de radiación a través de una ventana, que se va ensuciando progresivamente, disminuye la eficiencia del control del proceso. Un termómetro de radiación puede medir habitualmente temperaturas de 50 °C o más por debajo de la real debido a la contaminación de la ventana. Esto significa que la temperatura del proceso se aumenta de forma innecesaria sobrecalentando el producto (incluso causándole daños y su rechazo) y un consumo energético innecesario. Además la estabilidad del termómetro de radiación puede verse afectada por la dureza de las condiciones operacionales y sufrir derivas difícil de cuantificar.

El objetivo en esta parte del proyecto es desarrollar métodos *in situ* para corregir las derivas de los termómetros provocadas por cambios en los caminos de transmisión óptica debido a, por ejemplo, ventanas de visión contaminadas. La corrección se lleva a cabo mediante el uso de temperaturas de referencia: puntos fijos de alta temperatura de tipo cuerpo negro) en el medio industrial. La medición periódica del termómetro sobre dichos puntos fijos durante su proceso de transición de fase permite el cálculo fiable de la corrección del termómetro. Un algoritmo de corrección, en tiempo real, para la transmisividad de las ventanas va a ser desarrollado. Este novedoso procedimiento será ensayado en las instalaciones de uno de los socios industriales para demostrar la practicidad del método.

Esto implica un avance significativo en el estado del arte ya que nunca se había intentado buscar una solución de este tipo a tan altas temperaturas para termometría de radiación en ningún lugar del mundo. Estos puntos fijos de alta temperatura, recientemente introducidos en la metrología de altas temperaturas, serán modificados para mejorar su robustez y aumentar el tamaño del blanco y contribuirán a asegurar la trazabilidad a la EIT-90 incluso en los ambientes más hostiles.

2.3. Medida de la temperatura en procesos térmicos exóticos

La medida de la temperatura requerida para procesos térmicos exóticos se suele resolver mediante el diseño de métodos a medida y, por tanto, caros. En algunas ocasiones se emplean incluso métodos *ad-hoc* de prueba y error para determinar las condiciones adecuadas del proceso. Como este tipo de procesos son muy numerosos y diversos y el proyecto no puede abarcarlos todos, se han centrado los esfuerzos en el campo de la soldadura y endurecimiento por láser, ampliamente utilizados en Europa.

En el proyecto se desarrollan procedimientos para mejorar la medida *in situ* de métodos de procesamiento térmico. Para conseguir la trazabilidad *in situ* se propone, por un lado, el desarrollo de una unidad constituido por un punto fijo más un horno para ser utilizado en emplazamientos industriales. Se basa

en el calentamiento por inducción ya que permite la calibración *in situ*, la monitorización de la estabilidad del termómetro de radiación (pirómetro o cámara termográfica) y la realización de correcciones por cualquier cambio en la transmitividad del camino óptico en el procesador. Por otro lado, también se estudiará y cuantificará el efecto causado por el endurecimiento por láser en la emisividad espectral de los materiales procesados, a las temperaturas del proceso. Esto es importante ya que se sabe que la emisividad espectral varía dependiendo de la calidad de la superficie y que se ve afectada por las condiciones ambientales y por el tratamiento térmico de la superficie.

El objetivo es establecer, por primera vez, medidas trazables y fiables en este campo. Los resultados finales de estos trabajos serán un caso particular que permitirá demostrar las posibles mejoras que este proyecto aporta y que podrán ser adoptadas por otros sectores industriales.

3. SOLUCIÓN DE LOS PROBLEMAS DE LA TERMOMETRÍA DE CONTACTO A ALTA TEMPERATURA

En la industria, en la actualidad, se utilizan habitualmente termopares tipo N (por debajo de 1250 °C), termopares tipos R, S o B (por debajo de 1700 °C) y a altas temperaturas termopares de metales refractarios (W/Re). Estos últimos son la solución de último recurso ya que derivan rápidamente y se vuelven frágiles con la dificultad de poderlos extraer para re-calibración, además, incluso los nuevos, tienen incertidumbres de medida de alrededor del 1 % lo que significa, de nuevo, que los procesos se realicen a temperaturas más altas de las necesarias con el consiguiente costo energético y aumento de emisiones. Los termopares de Pt/Pd son sensiblemente mejores a los T, S o B, pero no son lo suficientemente robustos para su uso industrial. Además es sabido que todos los termopares derivan de forma impredecible, incluso hasta más de 50 °C en el caso de los termopares de W/Re, lo que hace necesario los reemplazos periódicos.

Es, por tanto, muy importante entender las características de las derivas de estos sensores ya que son ampliamente empleados en industria. Avances en el desarrollo de técnicas de validación *in situ* y el establecimiento de capacidades, a nivel europeo, para la determinación rápida y con exactitud de la función de referencia de termopares no estándar conllevará una mejora significativa de la medida de la temperatura por contacto y, por tanto, del control de los procesos industriales.

3.1. Procedimientos validados para evaluar la durabilidad y la deriva de termopares de metales comunes

Los métodos habitualmente usados para evaluar la durabilidad de los termopares a alta temperatura, son a menudo *ad-hoc* y difieren entre los del fabricante y el usuario lo que provoca malos entendidos. En el caso de los termopares comunes, la durabilidad tiene una importancia clave. La temperatura real que alcanza un sensor en particular y su durabilidad depende de las especificaciones del productor, de los materiales aislantes utilizados y de sus dimensiones, sobre todo de su diámetro. Sin embargo, es posible utilizar estos termopares a temperaturas más altas por cortos periodos de tiempo siendo, en este caso, su durabilidad una característica de especial interés.

Algunos fabricantes realizan este tipo de pruebas, pero poca de esta información es del dominio público y la trazabilidad

a la EIT-90 es, en muchos casos, inexistente. El propósito de este trabajo es establecer métodos estandarizados para la determinación de las características a largo plazo de termopares de metales comunes (tipos K y N) y el estudio de las derivas de termopares tanto de metales comunes como de metal noble (tipos R, S y B). Se están llevando a cabo ensayos con diferentes tipos de termopares y los resultados serán comparados con los obtenidos directamente en los emplazamientos industriales o los obtenidos por los fabricantes. El objetivo es alcanzar mayores temperaturas a la vez que los resultados mantienen la trazabilidad a la EIT-90. La estrecha colaboración con socios industriales asegura que tanto temperaturas como ambientes de interés serán estudiados.

Para asegurar la difusión de estos métodos desarrollados, se redactará una guía EURAMET que contendrá un procedimiento estándar para el estudio de la vida y derivas de termopares.

3.2. Sensores de contacto auto-comprobables

En la actualidad no existen sensores de contacto auto-comprobables a temperaturas de entre 1000 °C hasta 2000 °C. La disponibilidad de este tipo de sensores producirá una mejora significativa en el control de procesos.

En este proyecto se plantean dos posibles soluciones alternativas: la incorporación de puntos fijos en miniatura de alta temperatura en los mismos termopares y la termometría de ruido eléctrico para comprobar la estabilidad y permitir la realización de correcciones a sensores convencionales.

Estos puntos de temperatura conocidos serán puntos fijos en miniatura de tipo mezclas eutécticas metal-carbono como el Pt-C (1738 °C) y el Ru-C (1953 °C). Estos puntos fijos en miniatura serán probados con termopares de W-Re encamisados (con fundas de Mo o Ta) y aislados con hafnia tanto en atmósfera inerte como en vacío, habiéndose llevado ya a cabo ensayos preliminares. Además de estos puntos fijos de mezclas eutécticas, se construirán mini puntos fijos de Pd (1554 °C) y Pt (1769 °C) en mini crisoles de alumina para su uso con termopares tipo B en atmósfera oxidante.

Una alternativa a estos métodos de auto-validación es la utilización de termómetros de ruido eléctrico. Su uso está, en general, limitado a aplicaciones especializadas como los reactores nucleares. En este proyecto se plantea una propuesta muy novedosa que integra termopares con termómetros de ruido eléctrico que permite el chequeo a largo plazo del comportamiento de los termopares frente a un método termométrico absoluto (basado en una ley física en vez de en ecuaciones empíricas como las funciones de referencia de los termopares). Se pretende conseguir incertidumbres en los termómetros de ruido del orden del 0,1 % lo que sería suficiente para detectar y corregir derivas en los termopares.

El resultado de estos trabajos proporcionará métodos cualificados que provocarán un cambio sustancial en las medidas de temperatura por encima de 2000 °C en vacío o en atmósferas inertes y hasta 1800 °C en atmósferas oxidantes, por ejemplo, en lugar de tener incertidumbres de 20 °C a 50 °C cuando se usan termopares de W/Re, se podrán conseguir incertidumbres diez veces mejores, de 2 °C a 5 °C.

3.3. Establecimiento de las funciones de referencia de termopares no estandarizados

El acceso a nuevos tipos de termopares para alta temperatura es muy limitado debido a la falta de funciones

de referencia (relación entre la temperatura y la fuerza electromotriz del termopar) con la calidad suficiente. Para que una función de referencia sea aceptada y finalmente estandarizada, las medidas deben ser realizadas por más de un instituto y preferiblemente por más de un método. En Europa, hasta el momento, no existe esa capacidad de medida multi-instituto que pueda abordar de forma rápida y exacta la determinación de las funciones de referencia, que daría acceso a nuevos tipos de termopares que resolviesen problemas de medida concretos y que podría beneficiar a las industrias especializadas, por ejemplo el termopar de W/Re podría ser reemplazado por un sensor de mejor calidad siempre y cuando su función de referencia estuviese determinada.

Los socios del proyecto están desarrollando sus capacidades y estableciendo diversas metodologías para la determinación de las funciones de referencia de termopares no convencionales hasta temperaturas de 2000 °C mediante el uso de puntos fijos de alta temperatura o mediante procedimientos de comparación con termómetros de radiación.

4. CONCLUSIÓN

El objetivo primordial del proyecto "Metrología de alta temperatura para aplicaciones industriales" (HiTeMs) es desarrollar, de forma coherente, una serie de sensores y métodos para mejorar la medida de la temperatura por encima de 1000 °C en aplicaciones industriales. Este proyecto conllevará un avance significativo en el estado del arte de la metrología de alta temperatura que beneficiará un amplio espectro de empresas europeas. Una estructuración equilibrada y adecuada de las diversas capacidades de los socios del proyecto está permitiendo abordar los diversos retos planteados y permitirá demostrar el progreso técnico realizado.

El proyecto tiene una página web: <http://projects.npl.co.uk/hitems/> donde puede encontrarse información actualizada de los progresos realizados y permite contactar con el coordinador del proyecto y los diversos socios.

AGRADECIMIENTOS

Estos trabajos de investigación están incluidos en un proyecto de investigación conjunto del EMRP y está financiado por los países participantes en el EMRP, dentro de EURAMET, y la Unión Europea.

Se agradece a Johnson Matthey, UK el préstamo de 12 m de hilo de termopar de 0,5 mm de diámetro de Ir e Ir-60 %Rh.

Los autores agradecen el esfuerzo realizado por los coordinadores de los distintos paquetes de trabajo: E. Vuelban (VSL), R. Strnad (CMI), F. Edler (PTB), M. Sadli (LNE-Cnam), K. Anhalt (PTB) and J. Pearce (NPL).

BIBLIOGRAPHY

1. Machin, G., Anhalt K., Edler, F., van der Ham E., Pearce J., Sadli M., Strnad R., HiTeMS: A pan-European project to solve high temperature measurement problems in industry, *To be published in the proceedings of ITS9, 2012, In Press*
2. The International Temperature Scale of 1990. <http://www.bipm.org/en/publications/its-90.html>