



**IV ENME 2012**  
*etrología*

IV Encuentro Nacional de Metrología Eléctrica  
8 y 9 octubre 2012, CENAM

# **CARACTERIZACIÓN TÉRMICA DE BAÑOS Y HORNOS DE TEMPERATURA CONTROLADA**

Hugo Rodríguez Arteaga

David Licea Panduro

Termometría de contacto / ELECTRICA

Octubre 2012

# Contenido

- **MENSURANDO**
- **MÉTODO DE MEDICIÓN**
  - **BAÑO LÍQUIDO**
  - **HORNO DE POZO SECO**
- **INCERTIDUMBRE**
- **VALIDACIÓN DE MÉTODOS**
- **BUENAS PRÁCTICAS DE MEDICIÓN**
- **EJEMPLO DE CARACTERIZACIÓN**

# MESURANDO: Caracterización

- La uniformidad de un medio de temperatura (**horno o baño**) se evalúa espacialmente (**gradientes**) y temporalmente (**estabilidad**).
- La evaluación espacial y temporal del medio proporciona sus características de interés para el uso de estos medios:
  - en la calibración de termómetros,
  - en la realización de ensayos o
  - para conocer las características propias del medio.
- Al resultado de tal evaluación se le conoce como "**caracterización**".

# MESURANDO: Caracterización

Entonces **los mensurandos** en la de caracterización térmica de un baño u horno de temperatura controlada **son los valores asociados a su uniformidad y su estabilidad térmica**, y deben definir:

- el espacio o volumen donde es válido el resultado,
- las condiciones experimentales a las cuales se determinó,
- el intervalo de temperatura de trabajo y
- el material del líquido o bloque, entre otras.

# MÉTODO DE MEDICIÓN

- **Termómetros usados para la caracterización:**
  - **termómetros de resistencia de platino**
  - **termistores**
  - **termopares**
- *Las técnicas de caracterización defieren para baños y para hornos.*

# CARACTERIZACIÓN DE BAÑOS



- **Los baños líquidos pueden ser:**
  - velocidad de agitación fija
  - velocidad de agitación ajustable
  
- Además, se debe tomar en cuenta los siguientes aspectos:
  - líquido de trabajo y
  - la zona o volumen de trabajo que fue caracterizado.

# CARACTERIZACIÓN DE BAÑOS

## Líquidos de trabajo y su intervalo de operación

Líquido	Intervalo recomendado
Alcohol Etílico	-80 °C a 10 °C
Etilén-glicol y agua (50/50)	-10 °C a 110 °C
Agua	0 °C a 80 °C
Aceite Silicón 200.5	50 °C a 250 °C
Aceite Silicón 710	100 °C a 300 °C

La selección del líquido depende de la temperatura de operación y de la compatibilidad de aquellos objetos que serán sumergidos en el baño.

# CARACTERIZACIÓN DE BAÑOS

- **Zona de trabajo**

- zona blindada térmicamente: debe ser caracterizada.
- volumen interno: se debe definir el espacio, volumen o zona de trabajo.

***Nota: En el uso de un baño para un ensayo, la zona de trabajo es el espacio del baño empleado para realizar dicho ensayo.***

- uso de bloques igualadores: la zona de trabajo es la misma que la del bloque.



# CARACTERIZACIÓN DE BAÑOS



- Se debe realizar en distintas temperaturas del intervalo de operación del baño o intervalo de uso definido por el usuario:
  - ser al menos cada 50 °C, si  $t > \text{ambiente}$
  - al menos cada 30 °C, si  $t < \text{ambiente}$
  - incluir los valores extremos del intervalo de operación.

# CARACTERIZACIÓN DE BAÑOS



## EQUIPO

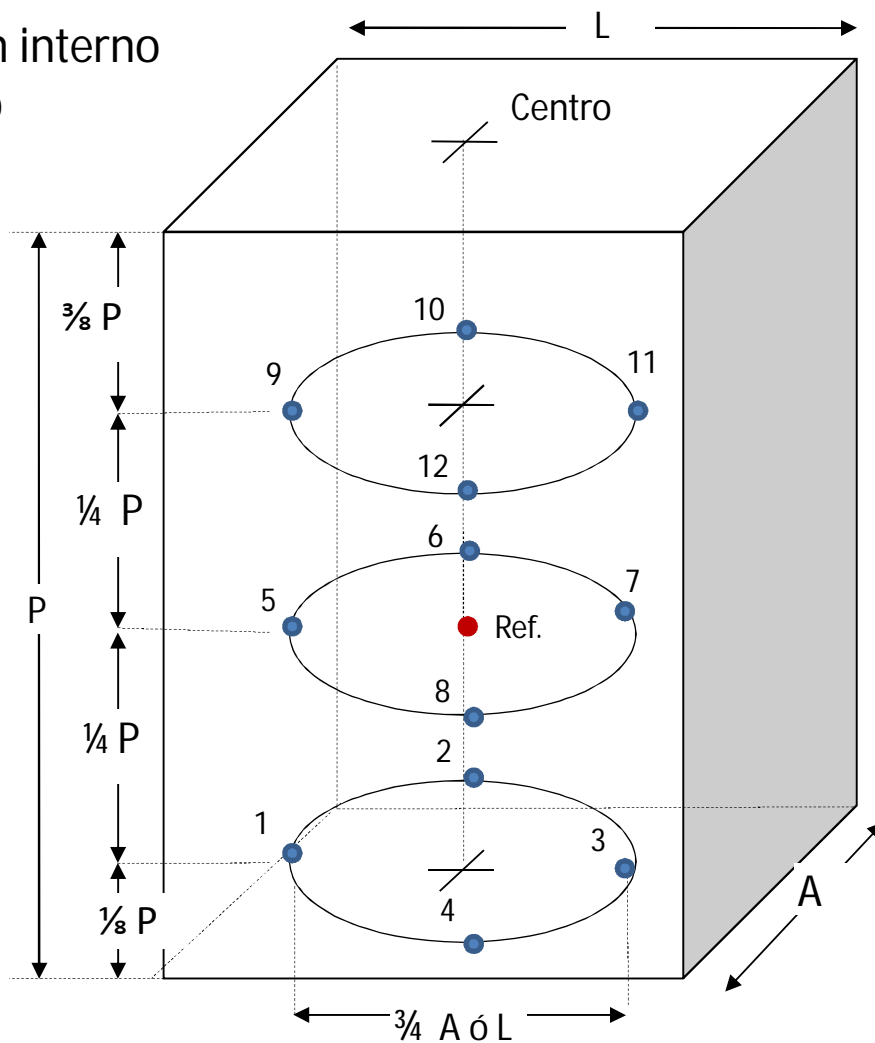
- Estabilidad y gradientes se pueden medir simultáneamente, se requieren dos termómetros con resolución de al menos 1/4 de la estabilidad esperada en el baño.
- Conviene que los termómetros estén calibrados pero no es necesario.



# CARACTERIZACIÓN DE BAÑOS

## Puntos de medición

Volumen interno  
del baño



**Zona de trabajo:** Espacio limitado por los puntos de medición

# MÉTODOS Y SISTEMAS DE MEDICIÓN

## Procedimiento

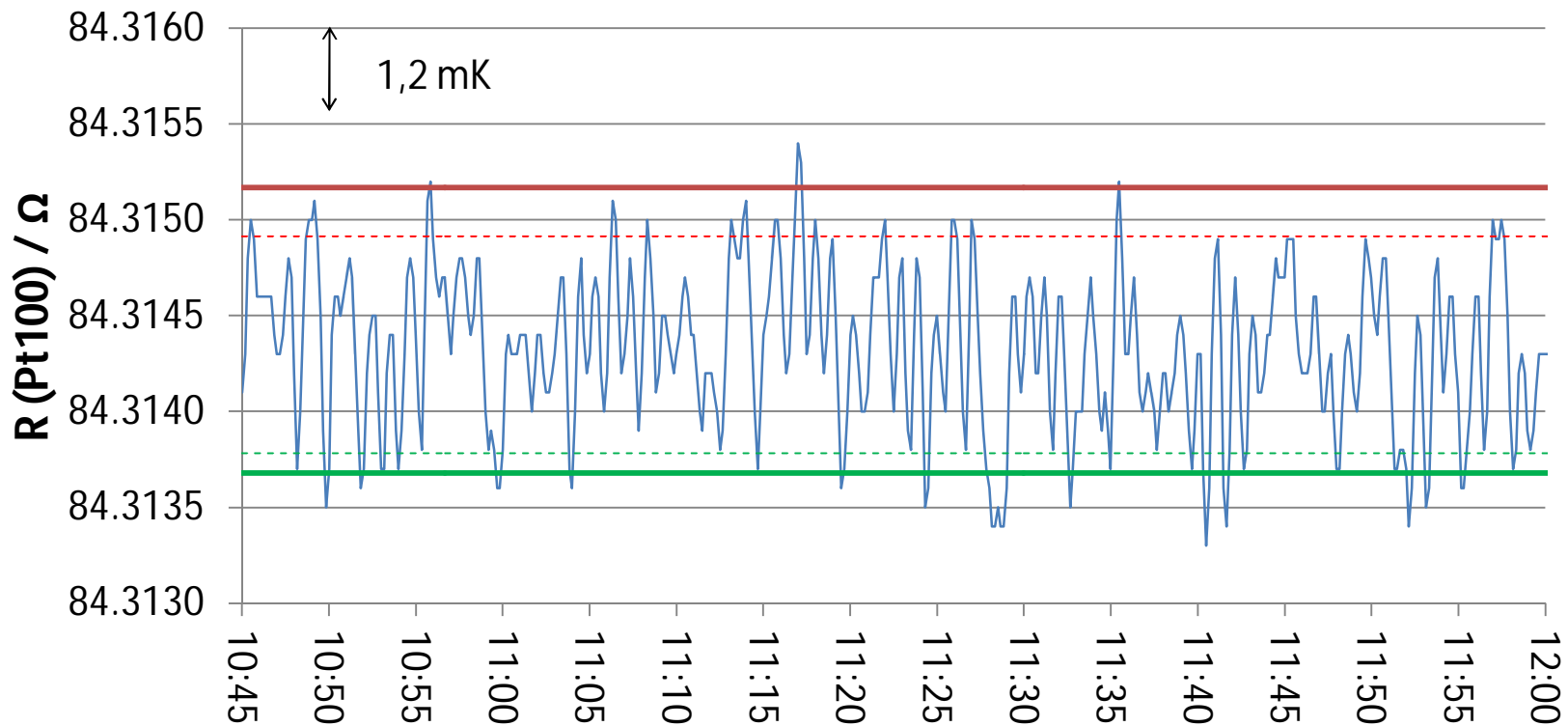


- Se colocan los dos termómetros en el punto de referencia
  - registro de lectura al menos cada 10 segundos de los termómetros, durante 5 minutos
  - un termómetro se desplaza a uno de los puntos de caracterización
  - Se procede con el siguiente punto
- - *Nota: Se recomienda el uso de toma de lecturas automática, junto con la gráfica de los valores como función del tiempo, “**tiempo real**”.*

# CARACTERIZACIÓN DE BAÑOS

Estabilidad del baño a -40 °C

$L_{sup} - L_{inf} = 0.003 \text{ °C}$



$$Est = (L_{sup} - L_{inf}) / \sqrt{12}$$

— Pt100 Ref — Lsup — Linf

# CARACTERIZACIÓN DE BAÑOS

## Gradientes

Desviación del termómetro móvil ( $T_{mov}$ ) respecto al termómetro fijo ( $T_{fijo}$ ):

$$\delta = \overline{T_{mov-Ref}} - \overline{T_{fijo}}$$

Después cuando el termómetro móvil se encuentra en las demás puntos de la zona de trabajo, se obtiene el gradiente de cada punto respecto al punto de referencia:

$$\Delta t_i = \overline{T_{mov-i}} - \overline{T_{fijo}} - \delta$$

# CARACTERIZACIÓN DE BAÑOS

## Gradientes



### Corrección

Si el gradiente medido en cada punto es menor al valor de estabilidad ( $Est$ ) su contribución a la incertidumbre es muy pequeña, esto es:

$$u_{ci} = \sqrt{\Delta t_i^2 + Est^2}$$

$$\Delta t_i \leq \frac{1}{3} Est$$

$$u_c \sim 1,1 Est$$

Por lo tanto, si  $\Delta t_i$  es menor a un 1/3 del valor de estabilidad se puede despreciar.



# HORNOS DE POZO SECO

## Tipos:

- bloque metálico fijo
- bloque metálico removible (bloques de distinto material).

En los resultados de caracterización de un horno se deben registrar los siguientes los siguientes aspectos:

- Material del bloque igualador,
- Profundidad de cada pozo y
- Diámetro de los pozos.



# HORNOS DE POZO SECO

## Bloques igualadores

Material	Temp. Máxima / °C
Cobre tipo electrolítico	350
Aluminio aleación maquináble 6061 ó Duraluminio 7075	450
Latón	700
Acero inoxidable 304	850
Inconel (Níquel aleación 600)	1100
Níquel aleación 200	1200

# CARACTERIZACIÓN DE HORNOS



## Profundidad:

- Al fondo de cada uno de los pozos del bloque igualador.
- Si se usa a distintas profundidades dentro de la cavidad del horno, se debe caracterizar al menos en las posiciones inferior y superior.

## Diámetro de pozos:

- El espacio o huelgo entre el vástago del termómetro y la pared del pozo no debe ser mayor a 0.5 mm



# CARACTERIZACIÓN DE HORNOS

## Puntos de medición

En diferentes puntos de temperatura en el intervalo de operación o en el intervalo que tenga definido por el usuario.

- al menos cada 100 °C, si  $t < 500$  °C
- al menos cada 200 °C, si  $t > 500$  °C
- incluir los puntos mínimo y máximo del intervalo.

# CARACTERIZACIÓN DE HORNOS

## Estabilidad

En cualquier pozo del bloque y debe realizarse con un termómetro con resolución de al menos 1/4 de la estabilidad esperada.

Registro de lectura al menos cada 20 segundos, durante 1 hora.

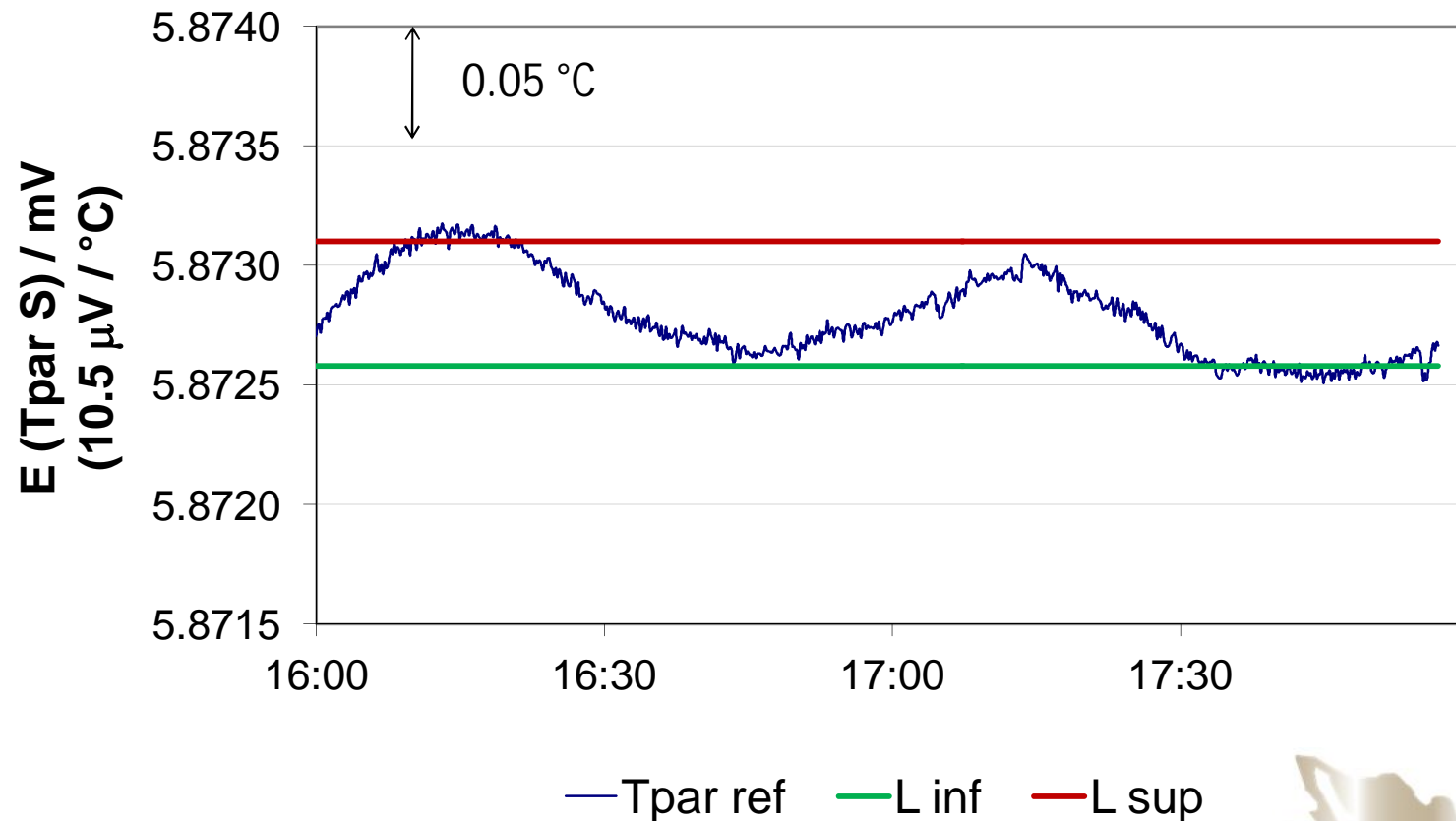
Para obtener el valor de la estabilidad, se procede de igual manera que el caso del baño líquido.

$$Est = (L_{sup} - L_{inf}) / \sqrt{12}$$

# CARACTERIZACIÓN DE HORNOS

## Estabilidad en un horno de pozo seco a 660 °C

$L_{sup} - L_{inf} = 0.06 \text{ } ^\circ\text{C}$



$$Est = (L_{sup} - L_{inf}) / \sqrt{12}$$

# CARACTERIZACIÓN DE HORNOS

## Gradientes

se requieren al menos dos termómetros ( $T_1$  y  $T_2$ ) calibrados. La incertidumbre de calibración debe ser menor que el valor del gradiente que se espera encontrar.

Las mediciones se realizan respecto a un pozo de referencia

El gradiente se obtiene con:

$$\Delta t_{p-i} = t_2 - t_1$$

si  $\Delta t_{p-i}$  es menor a un 1/3 del valor de estabilidad se puede despreciar

# INCERTIDUMBRE

El valor de ***Estabilidad*** es la contribución a la incertidumbre de calibración, al usar el baño u horno en la calibración de termómetros.

El valor de ***Estabilidad*** tiene en sí mismo, una componente de incertidumbre que procede de la resolución del termómetro y de la incertidumbre asociada a los valores  $L_{sup}$  y  $L_{inf}$ .

Dado que:

$$Est = (L_{sup} - L_{inf}) / \sqrt{12}$$

# INCERTIDUMBRE

y se aplica la regla de propagación de incertidumbres:

$$u_{Est}^2 = \left( \frac{\partial Est}{\partial L_{sup}} \right)^2 u_{L_{sup}}^2 + \left( \frac{\partial Est}{\partial L_{inf}} \right)^2 u_{L_{inf}}^2$$

$$\left( \frac{\partial Est}{\partial L_{sup}} \right)^2 = \left( \frac{\partial Est}{\partial L_{inf}} \right)^2 = \frac{1}{12}$$

$$u_{L_{sup}} = u_{L_{inf}} \approx \frac{1}{4} Est$$

$$u_{Est} \approx \frac{Est}{\sqrt{96}} \approx \frac{1}{10} Est$$

Es decir si la incertidumbre asociada a  $L_{sup}$  y  $L_{inf}$  es menor o igual a  $\frac{1}{4}$  del valor de  $Est$ , entonces su contribución es despreciable.



# INCERTIDUMBRE

## Caracterización

El resultado de la caracterización del baño u horno es el valor de un parámetro asociado a la uniformidad en cada punto de temperatura y en diferentes posiciones.

En un baño líquido, su contribución a la incertidumbre de calibración es:

$$u_{unif-baño} = Est$$

Para un horno de pozo seco:

$$u_{unif-horno} = \sqrt{Est^2 + u_{cal_{T1}}^2 + u_{cal_{T2}}^2}$$

# INCERTIDUMBRE

Contribuciones de incertidumbre en al estimación de la uniformidad de baños u hornos:

Fuente de Incertidumbre		Incertidumbre Estándar	Distribución	Coefficiente de sensibilidad	Grados de libertad
Est	Estabilidad del baño u horno	$(L_{sup} - L_{inf})/\sqrt{12}$	Uniforme	dR/dt , dE/ dt ó 1	50
u <sub>cal</sub> <sub>T1</sub> u <sub>cal</sub> <sub>T2</sub>	Incertidumbre de calibración de los termómetros	Certificado o informe de calibración	Normal	1	100

# VALIDACION DE MÉTODOS



realizar pruebas de reproducibilidad de los valores encontrados de estabilidad y gradientes bajo las siguientes condiciones de operación:

- **Mismo termómetro y diferentes tiempos,**
- **Diferente termómetro y mismo tiempo y**
- **Par de termómetros con valores “recíprocos” al intercambiar posiciones** (en el caso de gradientes).

Los resultados de estabilidad y gradientes deben concordar dentro de la incertidumbre estimada para cada valor.

*Si la reproducibilidad de gradiente es del mismo orden que su valor, entonces la corrección por gradiente es cero y esta se considera en el análisis de incertidumbre.*



# BUENAS PRACTICAS DE MEDICION



Se recomienda que el laboratorio tenga procedimientos de caracterización para estos equipos.

Además se deben considerar los siguientes aspectos antes de iniciar el proceso de medición de la estabilidad y gradientes:

- El envejecimiento del líquido de trabajo usado en el baño,
- la limpieza del baño,
- el aislamiento eléctrico y tierra física,
- la eficiencia del sistema de enfriamiento,
- el estado operativo del sistema de recirculación y
- el aislamiento térmico



# BUENAS PRACTICAS DE MEDICION



## Estabilidad

Se recomienda contar con sistema automático de adquisición de datos, el termómetro usado debe presentar las siguientes características:

- Estabilidad térmica sin deriva,
- Si es un TRP, debe estar libre de tensiones y de humedad y
- tiempo de respuesta corto: capaz de seguir rápidamente los cambios de temperatura en el medio.

## Gradientes

Para la medición de gradientes de un horno de pozo seco los termómetros deben tener:

- Baja fuga térmica vía el vástago y
- Control metrológico.



# BUENAS PRACTICAS DE MEDICION



## Fuga térmica

Para reducir la fuga térmica vía el vástago de un termómetro se pueden considerar las siguientes recomendaciones:

- Mantener una inmersión de 10 tantos el diámetro de vástago por cada 100 °C, a partir de la inmersión mínima
- La diferencia entre los diámetros del vástago y el pozo no debe ser mayor 1 mm
- Procurar aislar la parte del termómetro que emerge del horno con fibra cerámica o similar, sobre todo para temperaturas arriba de 500 °C.
- Evitar colocar muchos termómetros en el bloque



## EJEMPLO:

### Caracterización de un baño de recirculación fija

#### Descripción del baño:

Baño líquido con recirculación fija, con accesorio para recirculación desbordante, características principales:

- intervalo de operación: -80 °C a 110 °C
- Capacidad: 16 litros
- Profundidad: 40 cm
- Superficie disponible: 12 x 18 cm

**Alcance de la caracterización:** -80 °C a 0 °C

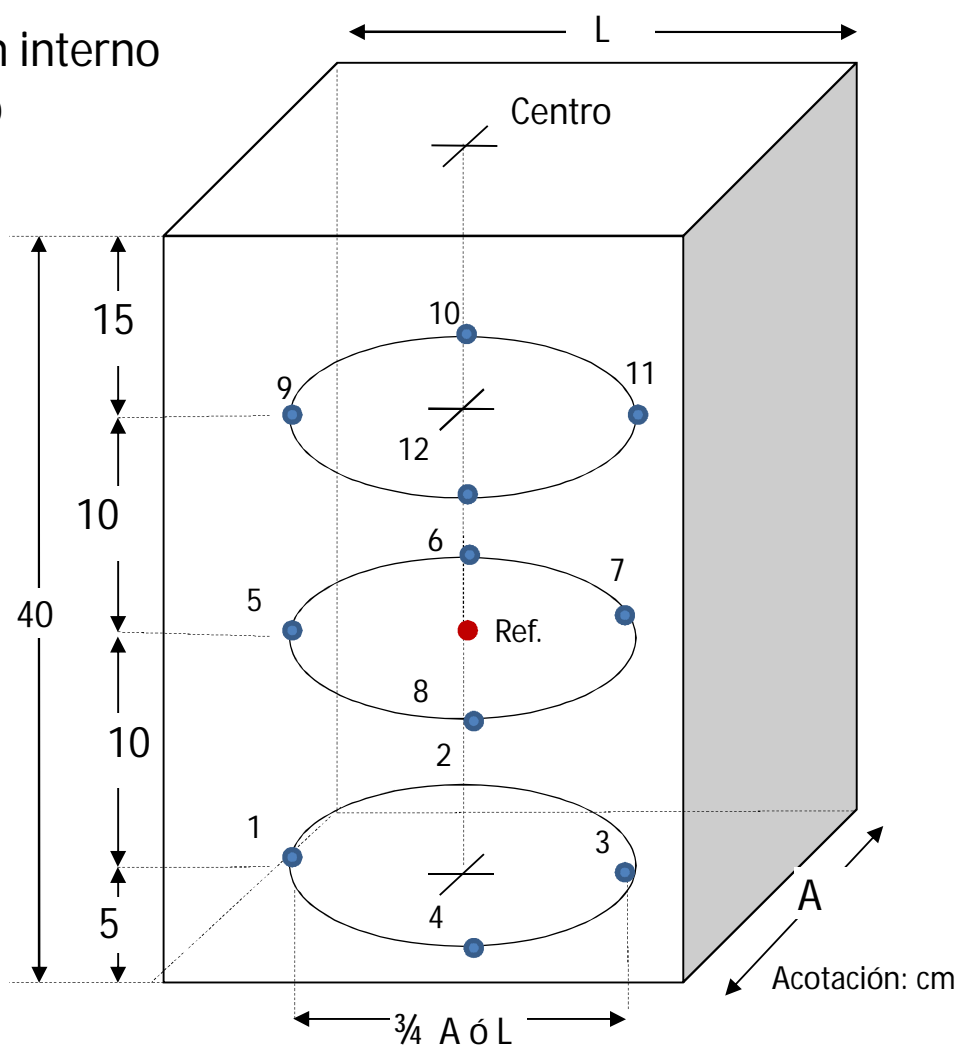
**Líquido de trabajo:** Alcohol etílico

**Puntos de temperatura:** -80 °C, -60 °C y -40 °C

# EJEMPLO:

## Caracterización de un baño de recirculación fija

Volumen interno  
del baño



### Zona de trabajo:

Espacio delimitado por el área circular de 9 cm de diámetro y la altura de 20 cm, también se indican los puntos de medición.



# EJEMPLO:

## Caracterización de un baño de recirculación fija

### Equipo de medición

- 2 termómetros de resistencia de platino tipo Pt100
- 2 puentes de resistencia para Pt100 con resolución de 0,0001  $\Omega$
- Sistema de adquisición de datos

### Toma de lecturas

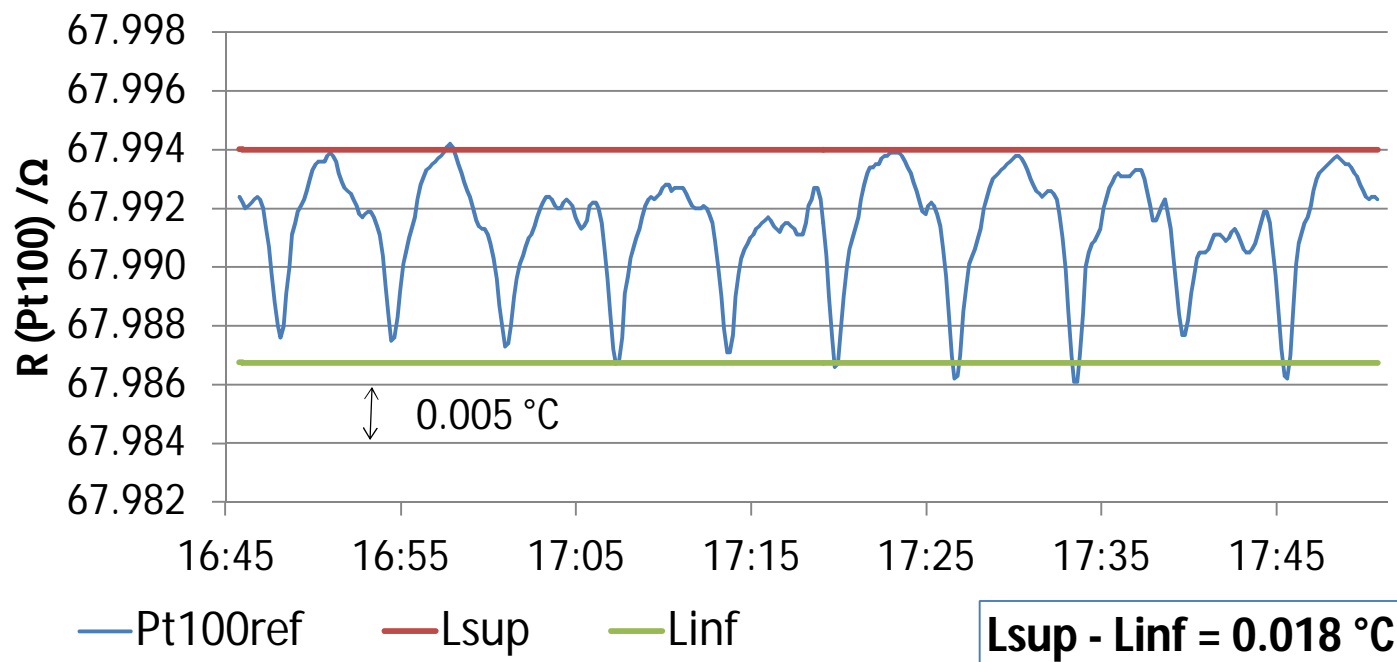
Para cada temperatura bajo estudio, se realizaron las mediciones bajo los siguientes pasos:

- Se colocan los dos Pt100 en el punto de referencia
- Registro de lecturas de los termómetros cada 10 segundos, durante 5 minutos.
- Un termómetro ( $Pt100_{mov}$ ) se desplaza a cada uno de los puntos definidos (12 puntos), se deja el otro termómetro ( $Pt100_{fijo}$ ) en el punto de referencia
- Se registran datos durante 5 minutos en cada punto.

# EJEMPLO:

## Caracterización de un baño de recirculación fija

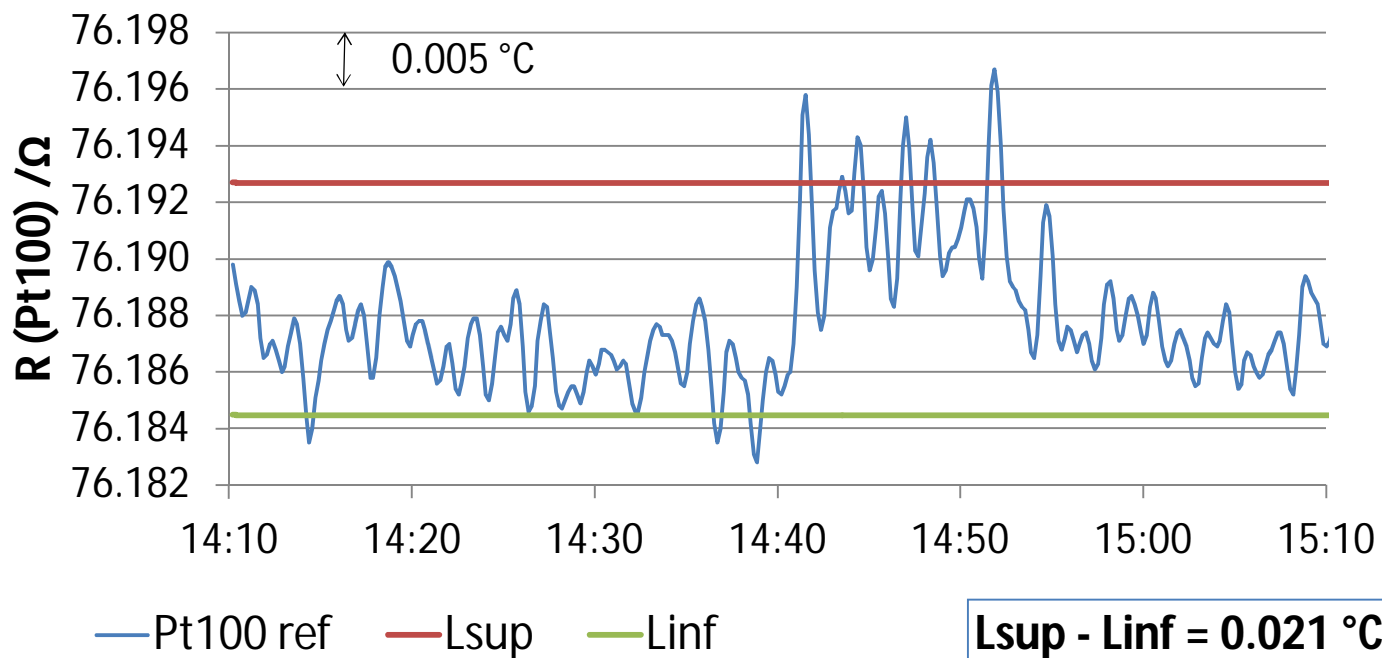
### Estabilidad del Baño a -80 °C



# EJEMPLO:

## Caracterización de un baño de recirculación fija

### Estabilidad del Baño a -60 °C

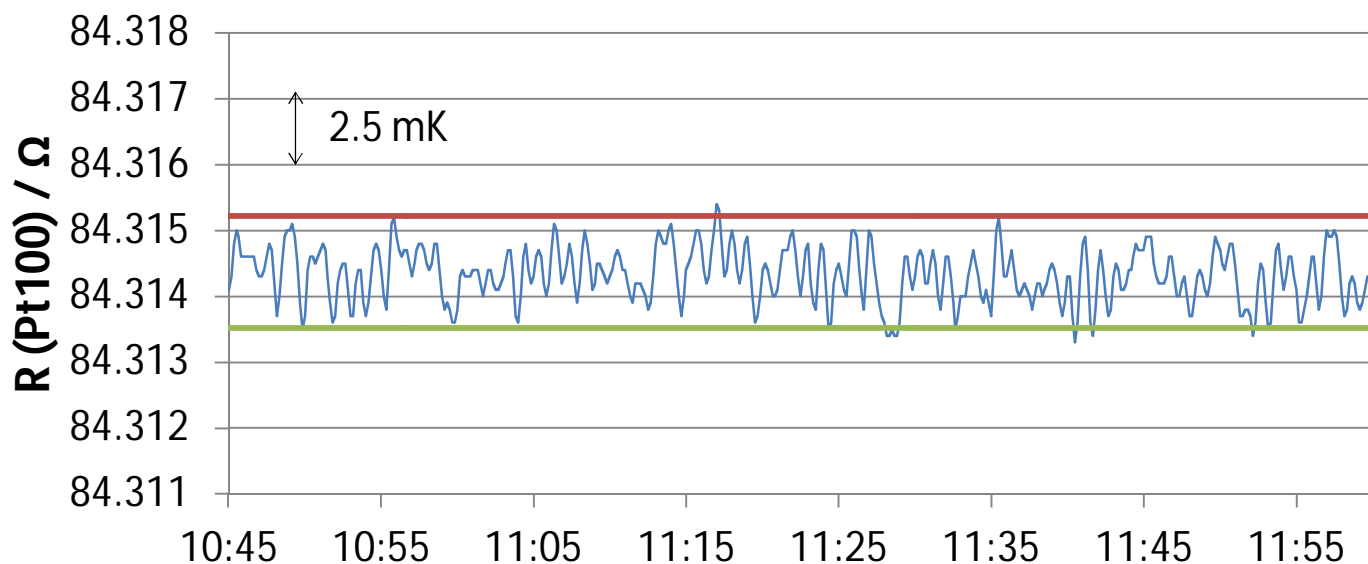


# EJEMPLO:

## Caracterización de un baño de recirculación fija



### Estabilidad del baño a -40 °C



— Pt100 Ref    — Lsup    — Linf

**Lsup - Linf = 0.004 °C**



## EJEMPLO:

### Caracterización de un baño de recirculación fija

#### Resultados de estabilidad

La estabilidad se determinó con el siguiente modelo:


$$Est = (L_{sup} - L_{inf}) / \sqrt{12}$$

Temperatura / C	Estabilidad / C	Banda Proporcional
-80	0.0052	0.78
-60	0.0061	0.606
-40	0.0012	0.315

# Caracterización de un baño de recirculación fija



## Resultados: Gradientes y Validación de zona de trabajo

Posición <i>i</i>	Temperatura de caracterización					
	-80 °C		-60 °C		-40 °C	
	$\Delta t_i / ^\circ\text{C}$	$3 \Delta t_i /Est$	$\Delta t_i / ^\circ\text{C}$	$3 \Delta t_i /Est$	$\Delta t_i / ^\circ\text{C}$	$3 \Delta t_i /Est$
p <sub>1</sub>	0.0016	0.9	0.0006	0.3	0.0001	0.3
p <sub>2</sub>	0.0002	0.1	0.0018	0.9	0.0005	1.2
p <sub>3</sub>	0.0008	0.5	0.0000	0.0	0.0007	1.7
p <sub>4</sub>	0.0019	1.1	0.0001	0.0	0.0006	1.6
p <sub>5</sub>	0.0002	0.1	0.0001	0.1	0.0008	2.2
p <sub>6</sub>	0.0002	0.1	0.0001	0.1	0.0005	1.3
p <sub>7</sub>	0.0013	0.7	0.0011	0.5	0.0005	1.2
p <sub>8</sub>	0.0004	0.2	0.0006	0.3	0.0005	1.2
p <sub>9</sub>	0.0018	1.0	0.0009	0.4	0.0008	2.2
p <sub>10</sub>	0.0037	2.2	0.0008	0.4	0.0009	2.3
p <sub>11</sub>	0.0023	1.3	0.0007	0.3	0.0006	1.6
p <sub>12</sub>	0.0015	0.9	0.0018	0.9	0.0005	1.3
 Zona restringida						

# Caracterización de un baño de recirculación fija

## Resumen de resultados



### Incertidumbre por uniformidad térmica del baño

La incertidumbre con la que contribuye el baño en un proceso de calibración de termómetros por comparación, es igual al valor de la estabilidad del baño, esto es:

$$U_{unif} = kEst$$

En la tabla se muestra el resumen de los resultados de la caracterización

Temp. / °C	$U_{unif}$ / °C (k=2)
-80 *	0.010
-60	0.012
-40*	0.0023

\* Temperaturas con zonas restringidas



# Caracterización de un baño de recirculación fija

## Resumen de resultados



### Incertidumbre por uniformidad térmica del baño

Para las zonas restringidas es necesario considerar el gradiente de temperatura de cada punto, esto es:

$$U_{unif}^* = k\sqrt{Est^2 + \Delta t^2}$$

Para efectos prácticos se elige el  $\Delta t$  de mayor valor para cada temperatura de estudio, finalmente el resumen de los resultados de la caracterización queda como se indica en la tabla:

Temp. / °C	$U_{unif}$ / °C (k=2)
-80	0.013
-60	0.012
-40	0.003





# CARACTERIZACIÓN TÉRMICA DE BAÑOS Y HORNOS DE TEMPERATURA CONTROLADA

## Referencias:

- [1] Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre de las mediciones en la caracterización térmica de baños y hornos de temperatura controlada, CENAM, 2008.
- [2] BIPM, Techniques for approximating the International Temperature Scale of 1990, 1990, Sevres
- [3] EURAMET/cg-13/v.01, Calibration of temperature block calibrators, EURAMET july 2007

*Gracias por su atención*