

Caracterización de la Temperatura de un Horno Tubular en Función de la Posición¹

Characterization of the Temperature of a Tubular Furnace in Function of its Position

Beatriz Cruz Muñoz

PhD. En Física

Magister en Física

Física

*Grupo de Investigación en Propiedades Magnéticas
y Magneto-ópticas de Nuevos Materiales*

Docente Universidad Tecnológica de Pereira

bcruz@utp.edu.co

July Andrea Rincón López

Ingeniera Física

*Grupo de Investigación en Propiedades Magnéticas
y Magneto-ópticas de Nuevos Materiales*

Universidad Tecnológica de Pereira

jarincon@utp.edu.co

Eduardo Andrés Flórez Galeano

Estudiante Ingeniería Física

*Grupo de Investigación en Propiedades Magnéticas
y Magneto-ópticas de Nuevos Materiales*

Universidad Tecnológica de Pereira

eaflomez@utp.edu.co

Recibido Febrero 10 de 2012 – Aceptado Mayo 30 de 2012

RESUMEN

Con el fin de realizar tratamientos térmicos de materiales en volumen y/o películas delgadas que requieran una alta razón de cambio de temperatura/ unidad de tiempo, se caracterizó un horno tubular de Industrias Terrigeno modelo ESP serie 462, variando la posición del instrumento patrón

¹ Producto derivado del Proyecto de Investigación “Producción y caracterización estructural de películas delgadas de BiFeO₃ depositadas por la técnica PLD”, proyecto financiado parcialmente por parte de la VII Convocatoria de Financiamiento de Proyectos de Grado de la Universidad Tecnológica de Pereira. Código E6-11-7.

de temperatura a partir del centro hasta el borde del tubo. Se obtuvo como resultado que la temperatura respecto a la posición tiene un comportamiento exponencial decreciente y en particular se muestran los resultados obtenidos para cambios en la temperatura de 100 °C en función de la posición. A los datos obtenidos se les realizó el análisis metrológico estándar para expresar los resultados con sus respectivas incertidumbres.

Palabras clave: tratamientos térmicos, instrumento patrón, razón de cambio, análisis metrológico estándar.

ABSTRACT

In order to perform heat treatment of bulk and / or thin films materials that require a high rate of change of temperature / time unit, was characterized a tube furnace Terrigeno Industries ESP model number 462, varying the position of standard instrument of temperature from center to the edge of the tube. The result was that the temperature relative to the position has a decreasing exponential behavior and in particular shown the results for changes in temperature of 100 ° C according on the position. The data obtained was subjected to standard metrological analysis to express the results with their uncertainties.

Key words: heat treatments, standard instrument, rate of change, standard metrological analysis.

1. INTRODUCCIÓN

Cuando se efectúan tratamientos térmicos a materiales en volumen y/o películas delgadas en un horno tubular Terrigeno, los parámetros de trabajo están acotados por una temperatura máxima de 1100 °C y a una baja tasa de cambio de temperatura/unidad de tiempo.

En el grupo de investigación en Propiedades Magnéticas y Magnetoópticas de Nuevos Materiales (GIMM) de la Universidad Tecnológica de Pereira, se generó la necesidad de realizar un tratamiento térmico en un rango de temperatura de 24 °C a 800 °C a películas delgadas de BiFeO₃ que requerían una razón de cambio de 100 °C/min la cual no es programable en el equipo, por lo tanto, se procedió a la caracterización espacial de la temperatura del horno, con el fin de determinar las posiciones a lo largo del tubo donde se encontrarían cambios en la temperatura de 100°C.

2. DETALLES EXPERIMENTALES

Para llevar a cabo el experimento, primero se midió el tubo de cuarzo de 900 mm de longitud con una regla calibrada de 1000 mm y resolución de 1 mm, haciendo marcas cada 30 mm, tomando como cero la mitad del tubo (posición que coincide con el centro de la mufla donde está ubicada su termocupla interna) y el borde a 450 mm.

Se trabajó bajo atmósfera de Argón con el propósito de evitar la oxidación del equipo patrón, con flujo de gas a una razón de 60 burbujas/min; luego se programó en el horno una rampa de temperatura desde 24 °C hasta 800 °C con una tasa de calentamiento de 10°C/min, sosteniendo la temperatura final por 1,5 horas (tiempo suficiente para la toma de datos) y finalmente enfriara con un descenso en la temperatura a razón de la inercia propia del horno.

Las curvas que describen el comportamiento de los procesos de calentamiento (Figura 1.) y enfriamiento (Figura 2.) se muestran a continuación:

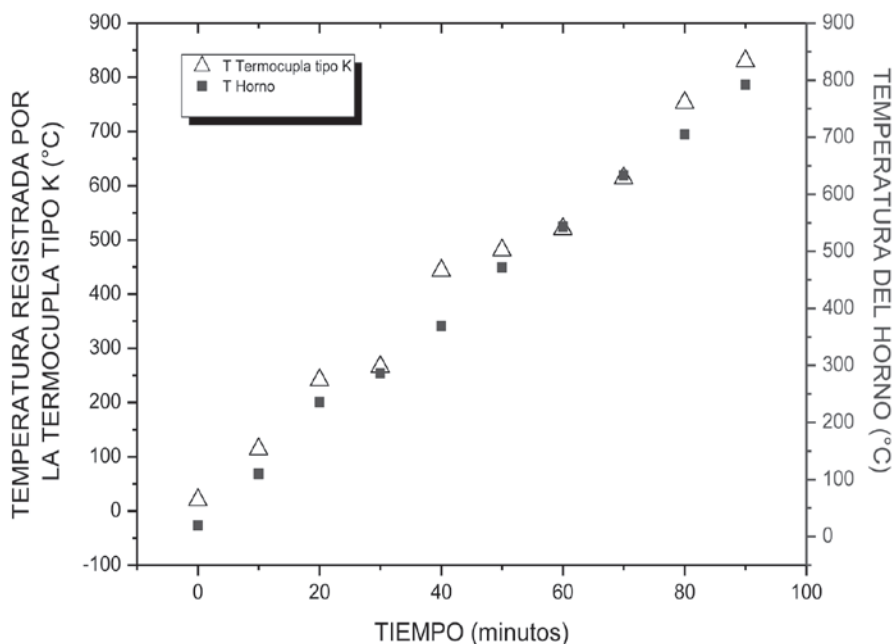


Figura 1. Curva de calentamiento

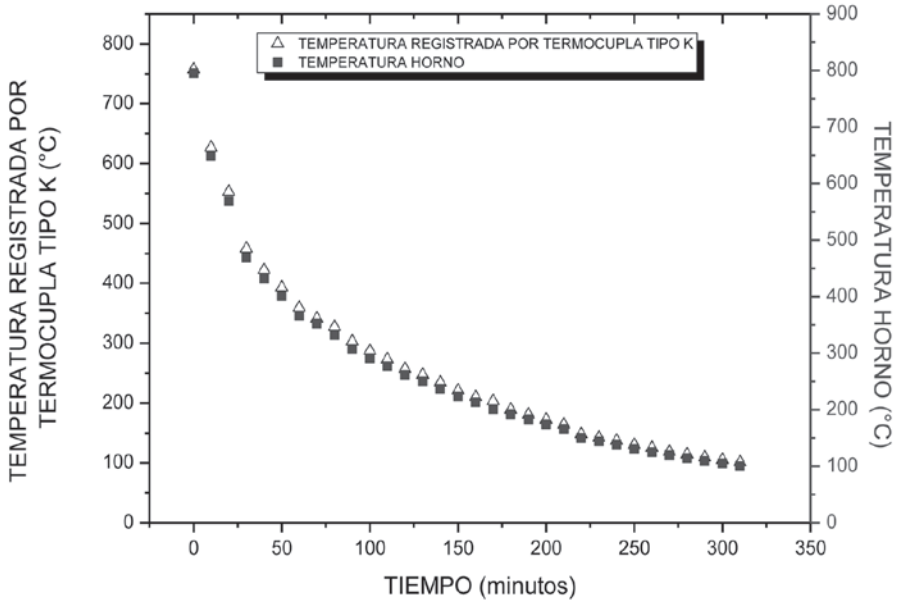


Figura 2. Curva de enfriamiento

El proceso de calentamiento se realizó con el equipo patrón ubicado en el centro del tubo, paralelo a la termocupla interna del horno y media hora después del horno haber alcanzado la temperatura programada se inició la toma de datos, desplazando el sensor de temperatura a las posiciones marcadas cada 30 mm, desde el centro hasta el extremo del tubo.

Debido a la variación de la temperatura detectada, se registraron 9 datos de temperatura por el equipo patrón (A_p) para comparar su valor promedio con la temperatura programada registrada por la termocupla interna del horno (A_i) en cada valor de posición.

En las tablas 1.a) y 1.b) se presentan las fichas técnicas del equipo patrón y del horno, respectivamente, con una imagen de éste último (Figura 3.a) y 3.b)).

Tabla 1.a) Ficha técnica de la termocupla tipo K (A_p)

Ficha técnica de la termocupla tipo K	
Rango	0-1000 °C
Resolución	1 °C
Especificaciones de exactitud	0.25 % T_{max}

Tabla 1.b) Ficha técnica del horno tubular de Industrias Terrigeno (A₁)

Ficha técnica Horno Tubular de Industrias Terrigeno	
Tubo de Cuarzo	
Longitud	900 mm
Diámetro	30 mm
Horno/Mufla Modelo: ESP Serie 462	
Medidas interiores mufla	Longitud: 300 mm, Diámetro: 50 mm
Medidas exteriores mufla	Longitud: 300 mm, Diámetro: 280 mm
Potencia	1.6 KW
Temperatura máxima	1100 °C
Especificaciones de exactitud	2 % (T), donde $T_{ambiente} < T \leq 1000$ °C
Control: Automático programable, con funciones PID (Proporcional Integrado Derivativo) o auto sintonía, doble display, salida SSR, entrada a termocupla, relevos de estado sólido, disipadores de calor, ocho rampas y sostenido de temperatura, caja de control.	

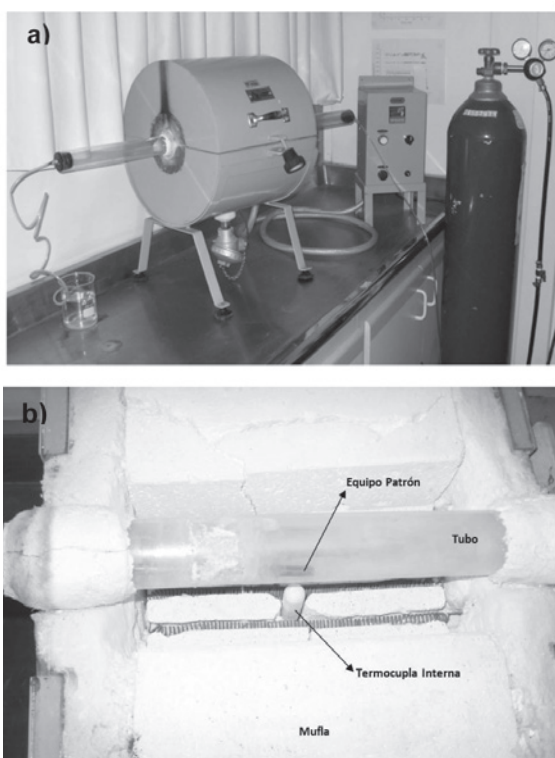


Figura 3.a) Horno tubular de Industrias Terrigeno y cilindro de Argón, b) Disposición de la termocupla interna y del equipo patrón. Instrumentos ubicados en el laboratorio del GIMM

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

La tabla 2 muestra los datos de temperatura registrados por la termocupla interna del horno (A₁), el equipo patrón (A₂) y el valor promedio para cada posición, los cuales fueron utilizados para elaborar el análisis metrológico.

Tabla 2. Datos experimentales de las medidas de temperatura

A_i (°C)	A_r (°C)			\bar{A}_r (°C)	Posición (mm)
801	832	831	798	803,67	0
	789	768	810		
	803	774	828		
808	790	815	833	816,56	30
	798	820	836		
	807	825	825		
807	790	778	768	775,00	60
	786	774	765		
	782	771	761		
809	760	750	745	751,44	90
	757	747	752		
	754	744	754		
806	695	689	681	686,67	120
	693	686	679		
	691	684	682		
809	493	487	483	525,89	150
	490	485	481		
	489	484	481		
807	301	294	289	292,89	180
	298	292	288		
	296	291	287		
806	180	176	173	175,44	210
	179	175	173		
	177	174	172		
801	198	200	200	199,67	240
	199	200	200		
	200	200	200		
806	195	196	196	196,00	270
	196	196	196		
	196	196	197		
807	149	163	146	150,78	300
	154	149	145		
	159	147	145		
800	118	105	99	103,89	330
	113	102	96		
	108	100	94		
801	68	66	65	65,78	360
	67	66	65		
	66	65	64		
807	61	59	58	58,78	390
	60	58	58		
	59	58	58		

El análisis metrológico consiste en establecer los tipos de incertidumbre presentes en las medidas realizadas según lo expuesto en Llamosa, Meza, y Rodríguez (2005); en nuestro caso se calcularon las incertidumbres tipo A y B tanto de las medidas de temperatura registradas por el equipo patrón, como de las medidas espaciales del tubo, para posteriormente calcular sus respectivas incertidumbres combinadas.

Las expresiones de las incertidumbres utilizadas se presentan a continuación:

1. Incertidumbre Tipo A :

$$\mu_A = \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A}_r)^2} = \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$

donde es la desviación estándar y n es el número de datos registrados.

2. Incertidumbre tipo B (μ_B):

2.1. Por especificaciones del equipo:

$$\mu_{B1} = \frac{\text{Especificaciones}}{\sqrt{3}}$$

2.2. Por resolución digital del equipo:

$$\mu_{B2} = \frac{\text{Resolución}}{2\sqrt{3}}$$

2.3. Por resolución análoga del equipo:

$$\mu_{B2} = \frac{\text{Resolución}}{\sqrt{3}}$$

Las especificaciones y la resolución del equipo patrón se encuentran en la tabla 1.a) y la resolución de la regla es de 1 mm.

3. Incertidumbre combinada (μ_C):

$$\mu_C = \sqrt{(\mu_A)^2 + (\mu_{B1})^2 + (\mu_{B2})^2}$$

4. Incertidumbre expandida (μ_E):

La incertidumbre estándar μ_C , representa un intervalo centrado en el mejor estimado del mensurando que contiene el valor verdadero con una probabilidad p de 68 % (nivel de confianza) aproximadamente, bajo la suposición de que los posibles valores del mensurando siguen una

distribución normal. Generalmente se desea una probabilidad mayor, lo que se obtiene expandiendo el intervalo de incertidumbre por un factor K , llamado factor de cobertura. El resultado obtenido es la incertidumbre expandida, descrito por Schimid y Lazos (2000).

El factor de cobertura se obtiene de la distribución t de Student, según Hoel (1971); luego de determinar el número de grados de libertad y el nivel de confianza elegido. En nuestro caso, el factor de cobertura fue $K=1,96$ que correspondía a grados de libertad y a un nivel de confianza del 95 % (valor convencional en la calibración de los instrumentos de medición), tanto para las medidas de temperatura como para las de longitud del tubo.

Los resultados del análisis de incertidumbres se muestran en las tablas 3 y 4.

Tabla 3. Incertidumbres tipo A, B1, B2 por resolución digital del equipo, combinada y expandida de las medidas de temperatura

Cálculo de incertidumbres para las medidas de temperatura							
x (mm)	A_i (°C)	\bar{A}_T (°C)	μ_A	μ_{B1}	μ_{B2}	μ_C	μ_E
0	801	807,20	7,98	0,14	0,29	8,11	15,90
30	808	816,56	5,20	0,14	0,29	5,21	10,21
60	807	775,00	3,26	0,14	0,29	3,28	6,43
90	809	751,44	1,81	0,14	0,29	1,84	3,61
120	806	686,67	1,88	0,14	0,29	1,91	3,74
150	809	525,89	1,39	0,14	0,29	1,43	2,80
180	807	292,89	1,59	0,14	0,29	1,62	3,18
210	806	175,44	0,93	0,14	0,29	0,98	1,92
240	801	199,67	0,24	0,14	0,29	0,40	0,78
270	806	196,00	0,17	0,14	0,29	0,36	0,71
300	807	150,78	2,17	0,14	0,29	2,19	4,29
330	800	103,89	2,64	0,14	0,29	2,66	5,21
360	801	65,78	0,40	0,14	0,29	0,51	0,99
390	807	58,78	0,36	0,14	0,29	0,48	0,94

Tabla 4. Incertidumbres tipo A, B2 por resolución análoga del equipo, combinada y expandida de las medidas de longitud del tubo de cuarzo

Cálculo de las incertidumbres para la longitud del tubo					
L (mm)	\bar{L} (mm)	μ_A	μ_{B2}	μ_C	μ_E
900,8 - 910,0 - 900,9 - 910,0	900,93	0,47	0,57	0,75	1,47

Se graficaron los valores promedio de temperatura registrados por el equipo patrón en cada posición marcada en el tubo del horno, y al realizar su análisis matemático con el software OriginPro 8.0, se determinó que la mejor aproximación con un coeficiente de correlación de 0,99666 corresponde a la siguiente expresión:

$$T = T_0 + Ae^{(R_0 * L)}$$

Donde: $T_0 = 780,011 \text{ }^\circ\text{C}$, $A = -0,40719 \text{ }^\circ\text{C}$, $R_0 = 0,43445 \text{ cm}^{-1}$

De la ecuación 7 se obtuvo una expresión directa para establecer la longitud en función de la temperatura:

$$L = \frac{\ln\left(\frac{T - T_0}{A}\right)}{R_0}$$

Utilizando la expresión 8, se determinaron las posiciones a lo largo del tubo presentadas en la tabla 5., donde se registran cambios en la temperatura de $100 \text{ }^\circ\text{C}$; lo cual corresponde a la razón de cambio necesaria para realizar tratamiento térmico a las películas delgadas de BiFeO_3 .

Tabla 5. Valores de posición a lo largo del tubo para una razón de cambio de $100 \text{ }^\circ\text{C}/\text{minuto}$

TEMPERATURA ($^\circ\text{C}$)	POSICIÓN (mm)
100	387,6
200	254,2
300	191,2
400	167,0
500	150,0
600	140,2
700	121,5
800	0,0

Para confirmar cual es la zona de trabajo del horno donde la temperatura programada es constante al variar la longitud, en la tabla 6 se presenta el error . Se compara con el rango de tolerancia del horno determinado por Rincón, Flórez, Cruz y Medina, (2011), expresado como:

$$T = \pm 2 \% (1000 \text{ }^\circ\text{C}) = \pm 20 \text{ }^\circ\text{C}$$

donde $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ es la temperatura máxima en la cual se cumplen las especificaciones del equipo estudiado.

Se observa que la temperatura programada permanece constante hasta la marca hecha en 30 mm a partir del centro del horno. Sin embargo, según Rincón, Flórez, Cruz y Medina, (2011) el plató corresponde a 50 mm , debido a que en dicho trabajo las marcas fueron realizadas en intervalos menores.

Tabla 6. Intervalo del valor del error máximo permisible en el horno, de acuerdo a la tolerancia del equipo.

Posición (mm)	Error: $A_i - \bar{A}_r$ (°C)	-20 °C ≤ T ≤ 20 °C
0	801-807,20 = -6,20	Dentro del rango de tolerancia
30	808-816,56 = -8,56	
60	807-775,00 = 32,00	Fuera del rango de tolerancia
90	809-751,44 = 57,56	

4. CONCLUSIONES

Con este estudio se encontró que la variación de la temperatura del horno respecto a la posición tiene un comportamiento exponencial decreciente, permitiendo determinar en qué posición del tubo hay cambios en la temperatura de 100 °C, dando solución a la necesidad que presentaba el grupo de investigación GIMM para realizar tratamiento térmico a las películas delgadas de BiFeO₃.

Esta caracterización no se restringe únicamente al uso de una razón de 100 °C/minuto, sino que describe el comportamiento de la temperatura a diferentes tasas de cambio de temperatura/unidad de tiempo, teniendo como única restricción la temperatura máxima que puede alcanzar el horno.

5. AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a la financiación parcial por parte de la VII Convocatoria de Financiamiento de Proyectos de Grado de la Universidad Tecnológica de Pereira. Código E6-11-7, al PhD. Hernando Correa de la Universidad del Quindío por el préstamo de algunos equipos.

BIBLIOGRAFÍA

- Hoel, P.G. (1971). *Introduction to Mathematical Statistics*. New York. J. Wiley & Sons.
- Llamosa, L. E., Meza, L. G., Rodríguez D. L. (2005). *Aspectos Metrológicos Fundamentales para la Acreditación de un Laboratorio de Patronamiento Eléctrico*. (1° ed.). Colombia: Postergraph S.A.
- Rincón J. A., Flórez E. A., Cruz B., Medina M. H. (2011). *Procedimiento para el Cálculo de las Especificaciones de Exactitud en el Rango de Temperatura de 700 °C a 1000 °C de un Horno Tubular*. Scientia et Technica, 48, 169-172.
- Schimid, W.A., Lazos, R. J. (2000). *Guía para Estimar la Incertidumbre de la Medición*. Centro Nacional de Metrología de México.