

INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
ESCUELA SUPERIOR DE FÍSICA Y MATEMÁTICAS

**Cavidad de cuerpo negro del punto fijo eutéctico de Ga – In para su uso en
termometría de radiación.**

Tesis que presenta

Lic. Veronica Sastre Muñoz

para obtener el grado de

Maestría en Ciencias Fisicomatemáticas

Directores de tesis:

Dr. Daniel Cárdenas García.

Dr. Miguel Tufiño Velázquez.

RESUMEN

La calibración de un termómetro de radiación a temperaturas menores a la del punto de fusión de la plata se puede realizar mediante dos diferentes esquemas: Un cuerpo negro a temperatura variable con un termómetro de resistencia de platino como referencia, o un conjunto de cuerpos negros de puntos fijos. Un termómetro de radiación de transferencia puede ser calibrado bajo el segundo esquema utilizando la ecuación de Sakuma-Hattori como ecuación de interpolación y al menos tres puntos fijos. La Escala Internacional de Temperaturas de 1990 (EIT-90) especifica dos puntos fijos para el intervalo de temperaturas de 0 °C a 30 °C: el punto triple del agua y el punto de fusión del galio.

En esta tesis proponemos una mezcla eutéctica de Ga-In, que tiene una temperatura de fusión de aproximadamente de 16 °C, como punto fijo para la calibración de termómetros de radiación en el intervalo mencionado.

Se muestra el diseño y construcción de una cavidad de cuerpo negro para el eutéctico Ga-In, se muestra como se realizó la estimación de su emisividad efectiva de manera analítica y además de manera numérica, esta última mediante el método de Monte Carlo. Se muestra el montaje experimental con el que se obtuvo el valor de la temperatura de radiancia de la transición de fase sólido-líquido del eutéctico Ga-In y su respectiva incertidumbre, los resultados obtenidos fueron consistentes con los reportados en la literatura. Esta cavidad de cuerpo negro de punto fijo es apta para propósitos de verificación y calibración de termómetros de radiación.

ABSTRACT

The calibration of a radiation thermometer can be carried out by two different schemes: A black body at a variable temperature with a transfer platinum resistance thermometer as a reference, or a set of black-body radiator fixed points. A radiation thermometer can be calibrated under the second scheme by using the Sakuma-Hattori equation as an interpolation equation and at least three fixed points. The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90) specifies two fixed points for the temperature range 0 to 30 degrees Celsius: the triple point of water and the melting point of gallium. In this thesis we propose the use of a eutectic mixture of Ga-In, which has a melting temperature of about 16 °C, as a fixed point for the calibration of radiation thermometers in the fore-mentioned range.

The design and construction of a Ga-In eutectic fixed-point blackbody and the calculation of its effective emissivity by two different methods, analytical and numerical, are shown. The experimental set-up used to obtain the value of the radiance temperature of the Ga-In eutectic solid-liquid transition phase together with its respective uncertainty is also shown. The obtained results were consistent with those reported in the literature. This Ga-In black body cavity can be used for verification and calibration of radiation thermometers.

”Balanzas justas, pesas justas y medidas justas tendréis.”

Lv. 19:36a.

- Agrazeco al **Creador** de todas las cosas por permitirme la vida para este proyecto, “**Porque de él, y por él, y para él, son todas las cosas.**” Romanos 11:36a.
- A mi padre **Esteban Sastre Ahuactzi**, por contagiarme el valor, avidez y entereza para vivir, gracias.
- A mi madre **Carmen Muñoz Juárez**, por su amor, paciencia y apoyo, gracias.
- A **Jessica, Stephania y Mónica**, equipo **Sastré-Muñoz**, mis hermanas y amigas incondicionales, por estar conmigo siempre, gracias.
- A la **ICNMP** y la **obra en Querétaro**, por ser también mi familia, gracias.
- A mis amigos, **Marco Benjamín Enríquez Flores**, gracias por todo siempre, **Daniel Jiménez Olarte**, por los consejos, gracias, **David Cywiak Córdova**, por tu gran apoyo, gracias.
- A los miembros de la dirección de Termometría del Centro Nacional de Metrología (CENAM), **Edgar Méndez Lango, Daniel Cárdenas García, David Licea Panduro, Hugo Rodríguez Arteaga, Efraín Hernández López y David Cywiak Córdova**, muchas gracias por todo su apoyo a este proyecto.
- A mi asesor **Daniel Cárdenas García**, por ser mi guía y apoyo en la realización del presente trabajo, gracias por su paciencia y entusiasmo.
- A mi asesor **Miguel Tufiño Velázquez**, por su apoyo al desarrollo del presente proyecto, muchas gracias.
- A la **Escuela Superior de Física y Matemáticas (ESFM)** del **Instituto Politécnico Nacional (IPN)**, que me ha visto nacer y desarrollarme en lo profesional, gracias.
- A los docentes del programa de Maestría en Ciencias Físicomatemáticas, personas de apoyo de la ESFM y compañeros del programa de maestría, gracias por su apoyo.
- Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, por el apoyo financiero en mis estudios de maestría.

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1 CONCEPTOS BÁSICOS DE TERMOMETRÍA DE RADIACIÓN.	3
1.1. Cuerpo negro.	5
1.2. Ley de Radiación de Planck.	6
1.3. Termómetros de radiación.	7
1.4. Calibración de termómetros de radiación.	8
1.5. EIT-90.	9
1.6. Puntos fijos eutécticos.	10
1.7. Método de calibración.	12
1.8. Eutéctico Ga-In.	14
CAPÍTULO 2 CAVIDAD DE CUERPO NEGRO PARA EL EUTÉCTICO Ga-In	15
2.1. Materialización de un cuerpo negro.	15
2.2. Aproximación de un cuerpo negro.	16
2.3. Formas para cavidades de cuerpos negros.	17
2.4. Materiales para cavidades de cuerpos negros de puntos fijos.	18
2.5. Parámetros de diseño.	18
CAPÍTULO 3 CONSTRUCCIÓN DE LA CAVIDAD DE CUERPO NEGRO PARA EL EUTÉCTICO Ga-In	22
3.1. Diseño.	22
3.2. Dimensiones finales.	23
3.3. Llenado del crisol.	25
CAPÍTULO 4 ESTIMACIÓN DE LA EMISIVIDAD EFECTIVA DE LA CAVIDAD DEL EUTÉCTICO Ga-In.	28
4.1. Estimación analítica.	28
4.2. Estimación numérica.	32
CAPÍTULO 5 MEDICIÓN DE LA TEMPERATURA DE FUSIÓN DEL EUTÉCTICO Ga-In.	37
5.1. Obtención de la transición de fase sólido-líquido del eutéctico Ga-In.	38
5.2. Procedimiento de obtención de la transición de fase sólido-líquido del Ga-In.	40
5.3. Gradientes de temperatura.	42
5.4. Transición de fase sólido-líquido del Ga-In.	43
5.5. Estimación de la incertidumbre asociada a la medición de la temperatura de radiancia de la transición de fase del Ga-In en la cavidad de cuerpo negro.	44

CONCLUSIONES

49

REFERENCIAS

50

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Espectro electromagnético.

Figura 2. Esquema del comportamiento de la energía radiante al incidir sobre una superficie.

Figura 3. Tipos de reflexión.

Figura 4. Gráfica de la radiancia espectral de un cuerpo negro en función de la longitud de onda.

Figura 5. Características de un termómetro de radiación para medir la temperatura superficial del objetivo.

Figura 6. Uso correcto del spot size de un termómetro de radiación.

Figura 7. El proceso de calibración: Un termómetro de radiación es un radiómetro calibrado para indicar la temperatura de un cuerpo negro.

Figura 8. Ejemplo de diagrama de fase binario.

Figura 9. Diagrama de fase del eutéctico Ga-In.

Figura 10. Cavity cerrada que aproxima la radiación emitida por un cuerpo negro.

Figura 11. Varias formas geométricas comúnmente usadas para cavidades de cuerpo negro.

Figura 12. Horno MESTER 20.12, vista frontal y transversal.

Figura 13. Medidas de la cavidad del horno MESTER 20.12.

Figura 14. Termómetro de radiación TRT-II.

Figura 15. Función del efecto de tamaño de fuente del termómetro de radiación TRT II.

Figura 16. Esquema de la sección transversal del crisol conteniendo la mezcla eutéctica Ga-In, la cavidad, las tapa del crisol.

Figura 17. Sección transversal de la cavidad y de la tapa frontal del crisol, dimensiones propuestas en milímetros.

Figura 18. Sección transversal del contenedor y de la tapa externa del crisol, dimensiones propuestas en milímetros.

Figura 19. Sección transversal de la cavidad y de la tapa frontal del crisol, dimensiones finales en milímetros.

Figura 20. Sección transversal del contenedor y de la tapa externa del crisol, dimensiones finales en milímetros.

Figura 21. Componentes de crisol fabricado de teflón, a) tapa frontal, b) cavidad de cuerpo negro, c) contenedor y d) tapa trasera.

Figura 22. Crisol de teflón armado.

Figura 23. Argón inyectado dentro del crisol para desplazar el aire contenido.

Figura 24. Llenado del crisol con el eutéctico Ga-In.

Figura 25. Crisol de Ga-In junto con los contenedores del material utilizado.

Figura 26. Cavidad de cuerpo negro.

Figura 27. Definición de la forma geométrica de la cavidad en el programa STEEP322.

Figura 28. Emisividad efectiva normal.

Figura 29. Esquema experimental: A) crisol que contiene a la cavidad de cuerpo negro del eutéctico Ga-In, B) horno MESTER, C) termómetro de contacto (resistencia de platino), D) termómetro de Radiación TRT-II, E) baño líquido marca HAAKE Q, F) un sistema de mangueras que circulan el líquido enfriador, F) adquisición de datos (PC).

Figura 30. Lector del termómetro F250.

Figura 31. Baño líquido HAAKE Q.

Figura 32. Conexión entre el horno MESTER 20.12 y el baño líquido HAAKE Q.

Figura 33. Alineación del termómetro de radiación.

Figura 34. Enfoque del termómetro de radiación.

Figura 35. Mediciones de temperatura de radiancia de la transición de fase del Ga-In con el termómetro de radiación.

Figura 36. Colocación del crisol de Ga-In dentro de la cavidad del horno.

Figura 37. Adquisición de datos con el programa EasyTRT.

Figura 38. Imagen termográfica de la apertura de la cavidad de Ga-In

Figura 39. Primera transición de fase sólido-líquido del eutéctico Ga-In.

Figura 40. Segunda transición de fase sólido-líquido del eutéctico Ga-In.

Figura 41. Determinación de la incertidumbre debida a efectos de pérdida de calor: mediciones con y sin tapón.

Figura 42. Mediciones para el cálculo de la incertidumbre debida a efectos de pérdida de calor.

Figura 43. Estimación del valor de la incertidumbre debida a efectos de pérdida de calor.

LISTA DE TABLAS

Tabla I. Puntos fijos de definición de la EIT-90.

Tabla II. Temperatura de radiancia de la primera y segunda transiciones de fase sólido-líquido del eutéctico Ga-In.

Tabla III. Presupuesto de incertidumbre de la emisividad de la cavidad.

Tabla VI. Presupuesto de incertidumbre de la temperatura de radiancia del cuerpo negro de punto fijo de Ga-In.

Tabla V. Comparación de los valores obtenidos para la temperatura de radiancia de la transición de fase sólido-líquido del eutéctico del Ga-In con los reportados en la literatura.

INTRODUCCIÓN

En la actualidad muchos procesos de productos y servicios requieren medir o controlar la temperatura de un objeto a distancia y sin contacto, ya sea por ser de difícil acceso, sensibilidad al tacto, o por requisitos sanitarios. Como ejemplos tenemos a los procesos metalúrgicos en altas temperaturas, procedimientos médicos, elaboración de fármacos y alimentos, control remoto de procesos, control de calidad de artículos congelados, entre otros.

En la industria, la ciencia y los servicios de salud, se necesitan instrumentos adecuados para medir y controlar la temperatura de un objeto a distancia. Los termómetros de radiación son utilizados para satisfacer esta necesidad ya que aprovechan el hecho de que la superficie de todo cuerpo a temperatura mayor que la del cero absoluto emite radiación térmica.

Para obtener valores de temperatura confiables un requisito es que los termómetros de radiación estén calibrados. Existen dos esquemas de calibración para el caso de temperaturas menores al punto de solidificación de la plata (961.78 °C), punto definido en la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90). Los esquemas definidos son [1]: cuerpos negros de temperatura variable como fuentes radiantes con un termómetro de resistencia de platino estándar como referencia y cuerpos negros de puntos fijos como fuentes radiantes. El Centro Nacional de Metrología (CENAM) ha trabajado bajo el primer esquema, sin embargo el presente proyecto forma parte del desarrollo del segundo esquema con lo que se tendrá la capacidad de trabajar con ambos.

Las sustancias pueden existir en fases sólidas, líquidas o gaseosas. Para cualquier sustancia pura los cambios de fase siempre ocurren a la misma temperatura cuando su presión permanezca constante, estas temperatura son llamadas puntos fijos. En termometría de radiación se conoce como cuerpo negro de punto fijo a la aproximación de un cuerpo negro mediante una cavidad hecha de un material y forma definida, la cual se encuentra cubierta por un crisol que contiene material específico que sirve para reproducir un cambio de fase, este cambio de fase proporciona una temperatura definida la cual se toma como referencia termométrica.

En el CENAM surge la necesidad de implementar radiadores de cuerpos negros de puntos fijos como referencias para poder realizar una calibración de termómetros de radiación de transferencia [2], es decir, termómetros que permiten mantener la EIT-90, y para utilizar el método de Sakuma-Hattori, como se establece en [1], se requiere al menos tres puntos fijos de temperatura.

En el presente trabajo se considera el intervalo de temperatura de 0 °C a 30 °C, para el cual la EIT-90 [3] solamente tiene definido al punto triple del agua (0.01 °C) y al punto de fusión del galio (29.7646 °C). Conociendo que de una mezcla eutéctica de Ga-In se puede obtener un punto de fusión cercano a 16 °C, éste se propone como punto fijo para cubrir la necesidad de tener un radiador de cuerpo negro de punto fijo que nos proporcione el número mínimo de puntos para utilizar el método de Sakuma-Hattori, y así poder realizar la calibración de termómetros de radiación dentro del intervalo mencionado.

Tener cavidades de cuerpos negros de puntos fijos para la calibración de termómetros de radiación permite además tener trazabilidad directamente a la EIT-90 sin la dependencia de termometría de contacto.

En esta tesis se realizó el diseño y construcción de una cavidad de cuerpo negro del punto fijo eutéctico de Ga-In. Se estimó la emisividad efectiva de la cavidad de cuerpo negro para el intervalo de longitud de onda de 8 μm a 14 μm . Además se midió la temperatura de radiancia de la transición de fase sólido-líquido del eutéctico Ga-In.

El trabajo está organizado de la siguiente manera:

- **CAPÍTULO 1:** Se presentan algunos conceptos básicos sobre termometría de radiación tales como teoría de cuerpo negro, ley de radiación de Planck, la definición de termómetro de radiación y su calibración, la definición de puntos fijos y puntos fijos eutécticos.
- **CAPITULO 2:** Se describe el concepto de cavidad de cuerpo negro, sus parámetros de diseño y el diseño en particular de la cavidad para el eutéctico Ga-In.
- **CAPÍTULO 3:** Se presenta el diseño final de la cavidad; su longitud, diámetro y ángulo, además se describe el procedimiento de llenado del crisol de la cavidad con el eutéctico Ga-In.
- **CAPÍTULO 4:** Se realiza el cálculo del valor de la emisividad efectiva de la cavidad de Ga-In por medio de dos métodos: el analítico que nos da una estimación gruesa del valor final y el numérico, que proporciona un cálculo más preciso, cada uno con su respectiva incertidumbre.
- **CAPITULO 5:** Se presenta el procedimiento para la obtención de la transición de fase de sólido a líquido del eutéctico Ga-In, además se estima la temperatura de dicha transición junto con su incertidumbre.
- **CAPÍTULO 6:** Se presentan las conclusiones y perspectivas del trabajo futuro.

CAPITULO 1

CONCEPTOS BÁSICOS DE TERMOMETRÍA DE RADIACIÓN

La luz visible, los rayos X, las microondas y las ondas de radio son ejemplos cotidianos de radiación electromagnética, la cual consiste en campos eléctricos y magnéticos oscilantes en el tiempo, propagándose a través del espacio y transportando energía. El espectro electromagnético es la integración de los diversos tipos de radiación electromagnética por longitud de onda [4]. Ver figura 1.

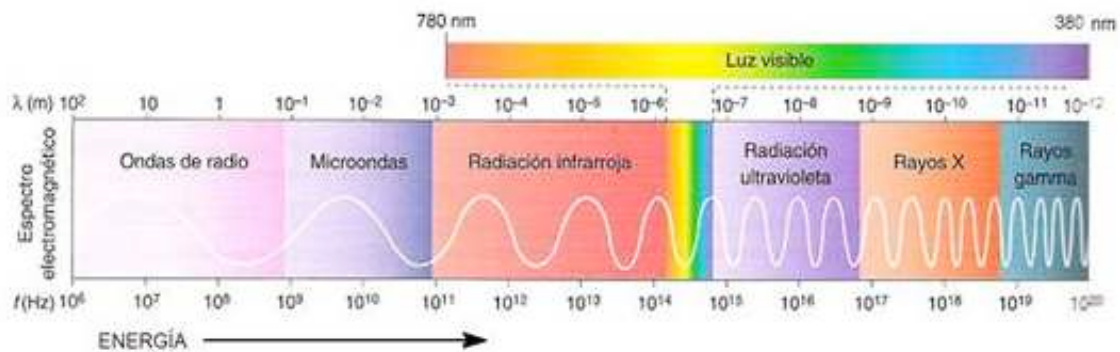


Figura 1. Representación de la ordenación del espectro electromagnético por longitud de onda. [5]

Se puede obtener información acerca de las propiedades físicas de un objeto a través del estudio la radiación electromagnética emitida o absorbida por él. Por ejemplo, la radiación térmica es radiación electromagnética emitida por un material debida únicamente a su temperatura.

La longitud de onda de la radiación térmica emitida por un objeto a temperaturas cercanas a la ambiente va desde $0.1 \mu\text{m}$ a $100 \mu\text{m}$ abarcando parte de la región ultravioleta, visible e infrarroja. Podemos notar que la intensidad de la radiación varía con la longitud de onda, el término espectral se utiliza para referirse a la naturaleza de esta dependencia. Una característica que describe la radiación térmica se relaciona con su direccionalidad; es decir, una superficie puede emitir en ciertas direcciones con lo que se crea una distribución direccional de la radiación emitida.

Para describir las leyes que gobiernan la absorción y emisión de energía radiante en un cuerpo comenzamos con la descripción de la energía absorbida y posteriormente la emitida.

Denotemos como E_I , E_R , E_A y E_T , las energías **incidente**, **reflejada**, **absorbida** y **transmitida** por un objeto respectivamente. La ley de conservación de la energía implica,

$$E_I = E_R + E_A + E_T \quad (1)$$

Dividiendo entre la energía incidente encontramos

$$1 = \frac{E_R}{E_I} + \frac{E_A}{E_I} + \frac{E_T}{E_I} \quad (2)$$

Se definen: la **reflectancia** como $\rho = E_R / E_I$, la **absorbancia** como $\alpha = E_A / E_I$, y la **transmitancia** como $\tau = E_T / E_I$.

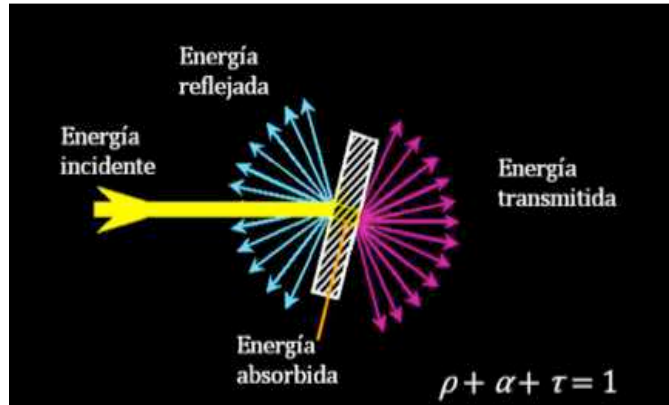


Figura 2. Esquema del comportamiento de la energía al incidir sobre una superficie.

Nótese que, la reflectancia ρ es la fracción de energía reflejada, la absorbancia α es la fracción absorbida y la transmitancia τ es la fracción transmitida. En términos de estas cantidades la ecuación (2) se lee

$$\rho + \alpha + \tau = 1 \quad (3)$$

Una descripción física de estas cantidades se muestran en la Figura 2.

Por otro lado, dependiendo de las características de la superficie sobre la que incide la radiación, será el tipo de reflexión que se obtenga. Podemos distinguir dos extremos: reflexión especular (como la que se da en un espejo o en una superficie brillante) y reflexión difusa (como la que se da en una superficie mate).

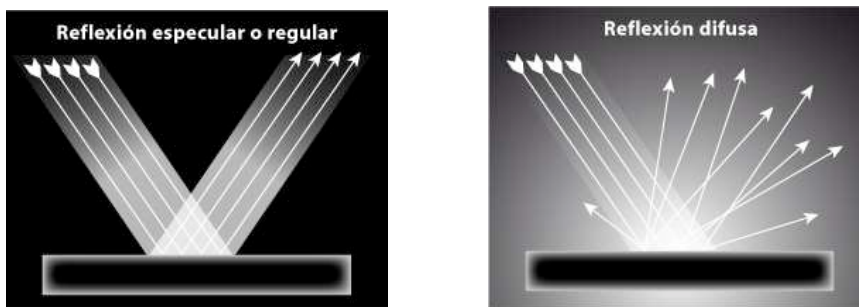


Figura 3. Tipos de reflexión [6].

La **reflexión especular** es descrita por la ley de Snell [7], el ángulo entre la dirección del haz incidente y la normal a la superficie es igual al ángulo entre la dirección del haz reflejado y la normal a la superficie. En cambio, para la **reflexión difusa**, la luz incidente llega a un cierto ángulo, pero la luz se refleja en todas direcciones (ver Figura 3). En general, la reflexión de las superficies reales se puede representar como una combinación de reflexión especular y difusa.

Para describir el comportamiento de la radiación emitida, por una superficie damos algunas definiciones [8].

- **Energía radiante**, es la energía emitida, transferida o recibida en la forma de radiación electromagnética, el símbolo que se utiliza es Q y su unidad es el Joule (J).
- **Potencia radiante**, o **flujo radiante** es la potencia (energía por unidad de tiempo t) emitida, transferida, o recibida en la forma de radiación electromagnética, su símbolo es Φ , su unidad es el Watt ($W=J/s$).

$$\Phi = \frac{dQ}{dt} \quad (4)$$

Se define la intensidad espectral $L_{\lambda,em}(\lambda, \theta, \phi)$ de la radiación emitida como el flujo radiante Φ emitido a la longitud de onda λ en la dirección (θ, ϕ) , por unidad de área de la superficie emisora normal a esta dirección $dA \cos \theta$, por unidad de ángulo sólido $d\omega$ alrededor de esta dirección, y por unidad de longitud de onda $d\lambda$ alrededor de λ . La intensidad espectral tiene unidades de $W/(m^2 \cdot sr \cdot \mu m)$ y está dada por

$$L_{\lambda,em}(\lambda, \theta, \phi) \equiv \frac{d\Phi^3}{dA \cos \theta \cdot d\omega \cdot d\lambda} \quad (5)$$

1.1. Cuerpo negro.

Cuando se describen las características de radiación de superficies reales es importante el concepto de cuerpo negro que fue introducido por Gustav Kirchhoff en 1862. Un cuerpo negro es un objeto que absorbe toda la radiación que incide sobre él. Se define como un radiador perfecto o ideal que tiene las siguientes características:

- Absorbe toda la radiación que incide sobre él para toda longitud de onda.
- Para una longitud de onda y temperatura dadas, ninguna superficie puede emitir más radiación electromagnética que un cuerpo negro.

- iii) Aunque la radiación emitida por un cuerpo negro es una función de la longitud de onda y su temperatura, es independiente en dirección. Así, un cuerpo negro es un emisor difuso isotérmico.

En otras palabras, un cuerpo negro es aquel que absorbe toda la radiación que le llega a todas las longitudes de onda y la radiación que él emite es sólo función de la temperatura y de la longitud de la onda. Debido a la propiedad que el cuerpo negro tiene como emisor difuso, la intensidad espectral $L_{\lambda,b}$ de la radiación que emite es independiente de dirección, $L_{\lambda,b}(\lambda, \theta, \phi) = L_{\lambda,b}(\lambda)$. La radiación emitida por un cuerpo negro se denomina radiación de cuerpo negro.

1.2. Ley de Radiación de Planck.

La Ley de Planck describe la radiancia espectral (L) emitida por un cuerpo negro en función de su temperatura (T) [5], Planck mostró que la radiancia espectral de un cuerpo negro a temperatura T está dada por [9],

$$L(\lambda; T) = \frac{c_{1L}}{\left[\lambda^5 \left(\exp\left(\frac{c_2}{\lambda T}\right) - 1 \right) \right]}, \quad (6)$$

donde:

c_{1L} , es la primer constante de radiancia con un valor de $1.191\ 042\ 869(53) \times 10^{16} \text{ Wm}^2 \cdot \text{sr}^{-1}$.

c_2 , es la segunda constante de radiación cuyo valor es $1.438\ 7770(13) \times 10^{-2} \text{ mK}$. T, temperatura en K. λ , longitud de onda dada.

En la Figura 5 se muestra una gráfica de la distribución de energía dada por la Ley de Planck para diferentes temperaturas.

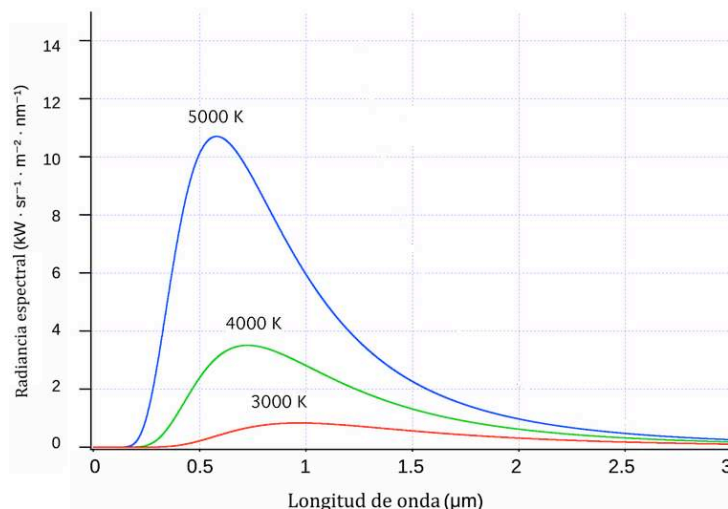


Figura 4. Gráfica de la radiancia espectral de un cuerpo negro en función de la longitud de onda [10].

La temperatura de un un cuerpo negro calculada a partir de la ley de radiación de Planck se denomina temperatura de radiancia.

1.3. Termómetros de radiación.

Un radiómetro es un sistema electro-óptico diseñado para medir potencia radiante; es decir, energía radiada por unidad de tiempo.

Un **Termómetro de Radiación** (TR) es un radiómetro que ha sido calibrado o comparado con un patrón de medición en términos de la radiación que emite un cuerpo negro a temperaturas conocidas.

El TR mide la potencia radiante que emite un objeto, la cual es dirigida mediante un sistema óptico hacia un fotodetector que tiene una respuesta espectral $R(\lambda)$ y que genera una señal de salida S . Dicha señal de salida, a través de un algoritmo de calibración es usada para proveer una medición de la temperatura del objetivo.

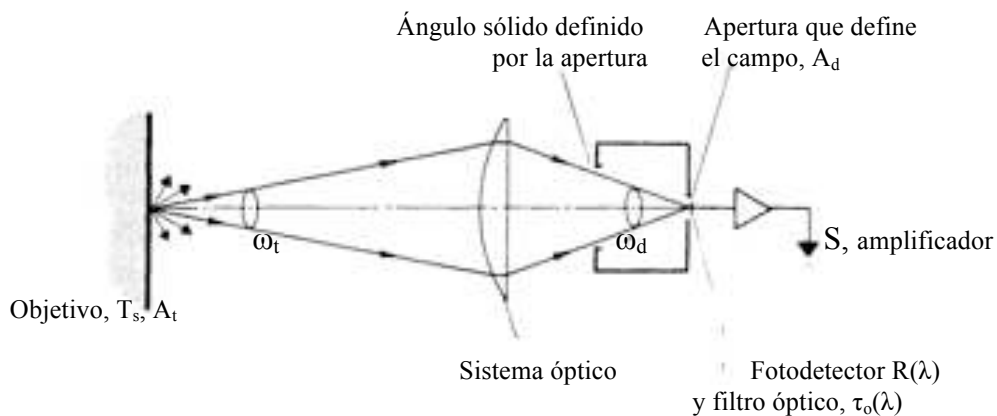


Figura 5. Características de un termómetro de radiación para medir la temperatura superficial del objetivo [11].

En la Figura 5 se observan las principales características de un TR; dentro del sistema óptico se utilizan aperturas para definir parámetros del campo de visión. Una de éstas es el área de apertura que define el campo de visión A_d y el ángulo sólido ω_d dentro del TR; y éstos a su vez definen el campo de visión A_t y el ángulo sólido ω_t en el objetivo.

El intervalo de longitudes de onda de trabajo de los termómetros de radiación está definido por la transmitancia espectral $\tau_o(\lambda)$ del filtro óptico. La señal de salida es proporcionada por un amplificador.

Los termómetros de radiación poseen otra propiedad característica, el spot size (ver Figura 6), es decir, el diámetro de la zona enfocada por el detector de donde proviene la mayor parte de la radiación que llega al termómetro. El spot size es proporcionado por el fabricante del TR junto con el porcentaje de radiación que el termómetro recibe.

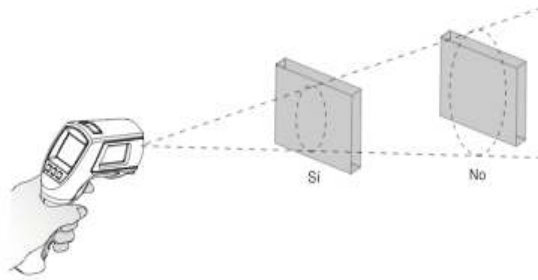


Figura 6. Uso correcto del spot size de un termómetro de radiación [12].

Los parámetros identificados aquí, tomados en conjunto con la ley de radiación de Planck, proporcionan la base de un modelo matemático de un termómetro de radiación.

1.4. Calibración de termómetros de radiación

Para poder tener mejor precisión en las mediciones realizadas por un termómetro de radiación se requiere que esté calibrado o comparado con un patrón de referencia.

De acuerdo a [13], **calibración** es la operación que, bajo condiciones especificadas, establece en una primera etapa, una relación entre los **valores** y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los **patrones de medida**, y las correspondientes **indicaciones** con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un **resultado de medida** a partir de una identificación.

La calibración de un termómetro de radiación se lleva a cabo mediante la comparación de los valores obtenidos por éste, con los valores obtenidos por un patrón de referencia, junto con la estimación de las incertidumbres correspondientes.

Un sistema típico para la calibración de termómetros de radiación es el que se muestra en la Figura 7.

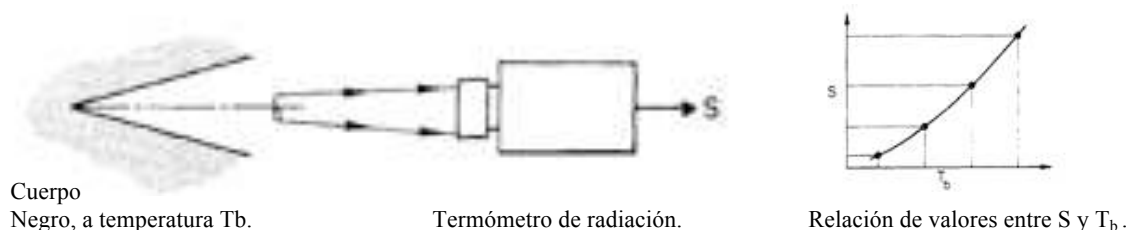


Figura 7. El proceso de calibración: Un termómetro de radiación es un radiómetro [11].

La imagen anterior muestra al TR dirigido hacia el cuerpo negro que se encuentra a una temperatura T_b ; al realizar una medición, el termómetro de radiación proporciona una

señal de salida S , esta señal se relaciona con la temperatura del objetivo mediante el llamado algoritmo de calibración. Muchos termómetros de radiación comerciales son de lectura directa, por lo que este algoritmo está inmerso en la electrónica del TR y el usuario no necesita generar la relación entre S y T_b .

De acuerdo a [1] existen dos esquemas de calibración de un TR:

1. Cuerpos negros de puntos fijos como fuentes radiantes.

Este esquema consiste en que la fuente de radiación es un punto fijo definido en [3]. Los puntos de calibración (T_i , S_i) se obtienen tomando en cuenta que T_i queda definida por la temperatura del punto fijo y el valor de S_i es el resultado de la medición del TR.

2. Cuerpos negros de temperatura variable como fuentes radiantes.

Este esquema utiliza un termómetro de referencia (termómetro de contacto) para medir la temperatura de la fuente radiante que en éste caso nos da el valor de las T_i y las S_i quedan determinadas por el resultado de la medición del TR.

Es importante tomar en cuenta que el proceso de calibración está basado en la suposición de que el objetivo a medir es un cuerpo negro, que es la única característica que relaciona la radiación y la temperatura mediante la Ley de Planck.

El desarrollo de la presente tesis está orientado al primer esquema de calibración para el cual los patrones de medida o patrones de referencia son fuentes de radiación que se encuentran a temperaturas controladas (puntos fijos).

En la práctica, se puede obtener radiación muy cercana a la de los cuerpos negros mediante cavidades isotérmicas, la isotermicidad se obtiene mediante el uso de los ya mencionados puntos fijos.

1.5. EIT-90.

La Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90) se extiende desde 0.65 K a la temperatura más alta prácticamente medible en términos de la ley de radiación de Planck utilizando radiación monocromática.

En termometría se puede definir equilibrio como un estado isotérmico que permanece invariable con el tiempo. Luego, las temperaturas que permanecen invariables con el tiempo al producirse un cambio de fase de algunas sustancias puras son llamados puntos fijos. Los puntos fijos que definen esta escala son estados de equilibrio térmico de sustancias puras; éstos pueden ser puntos triples, puntos de solidificación y fusión, los cuales son fenómenos reproducibles que bajo condiciones controladas se llevan a cabo siempre a la misma temperatura.

La Tabla I [3] muestra los puntos fijos que definen a la EIT-90.

Tabla I
Puntos fijos de definición de la EIT-90.

Número	Temperatura		Sustancia ⁶	Estado ⁷	W _i (T ₉₀)
	T ₉₀ / K	t ₉₀ / °C			
1	3 a 5	-270,15 a -268,15	He	V	
2	13,803 3	-259,346 7	e-H ₂	T	0,001 190 07
3	- 17	- -256,15	e-H ₂ (o He)	V (o G)	
4	- 20,3	- -252,85	e-H ₂ (o He)	V (o G)	
5	24,556 1	-248,593 9	Ne	T	0,008 449 74
6	54,358 4	-218,791 6	O ₂	T	0,091 718 04
7	83,805 8	-189,344 2	Ar	T	0,215 859 75
8	234,315 6	-38,834 4	Hg	T	0,844 142 11
9	273,16	0,01	H ₂ O	T	1,000 000 00
10	302,914 6	29,764 6	Ga	F	1,118 138 89
11	429,748 5	156,598 5	In	S	1,609 801 85
12	505,078	231,928	Sn	S	1,892 797 68
13	692,677	419,527	Zn	S	2,568 917 30
14	933,473	660,323	Al	S	3,376 008 60
15	1 234,93	961,78	Ag	S	4,286 420 53
16	1 337,33	1 064,18	Au	S	
17	1 357,77	1 084,62	Cu	S	

⁶ -Composición isotópica natural con excepción del ³He.

- e-H₂: Hidrógeno con la composición de equilibrio de las variedades moleculares orto y para.

⁷ - Para las definiciones completas y los consejos de realización, ver "Supplementary Information for the ITS-90".

- V: presión de vapor de saturación.

- T: punto triple (temperatura de equilibrio entre las fases sólida, líquida y vapor).

- G: termómetro de gas.

- F, S: punto de fusión, punto de solidificación (temperatura de equilibrio, a la presión de 101 325 Pa entre las fases sólido y líquido)

Tabla I. Puntos fijos de definición de la EIT-90 [3].

1.6. Puntos fijos eutécticos.

La materialización de los puntos fijos sirve como referencia para la calibración de diversos termómetros, y en particular para la calibración de los termómetros de radiación. Existen mezclas de diversos materiales con las que se obtienen un mayor número de puntos fijos adicionales a los definidos en la EIT-90, los llamados puntos fijos eutécticos. Para poder describir a los puntos fijos eutécticos tomemos en cuenta las siguientes definiciones.

Diagrama de fase binario. Cuando aparecen dos sustancias o componentes en un diagrama de fase, se le llama diagrama de fase binario.

Para dos componentes, el diagrama de fase se representa fijando una variable (la presión), representando en las ordenadas a la temperatura y en las abscisas la

concentración de los componentes, normalmente en masa. Los equilibrios binarios que se representan son por ejemplo: líquido-gas, sólido-gas o líquido-sólido. El diagrama que se muestra en la Figura 8 es de dos fases líquidas a presión constante y a temperaturas donde se nota la transición a las fases sólidas.

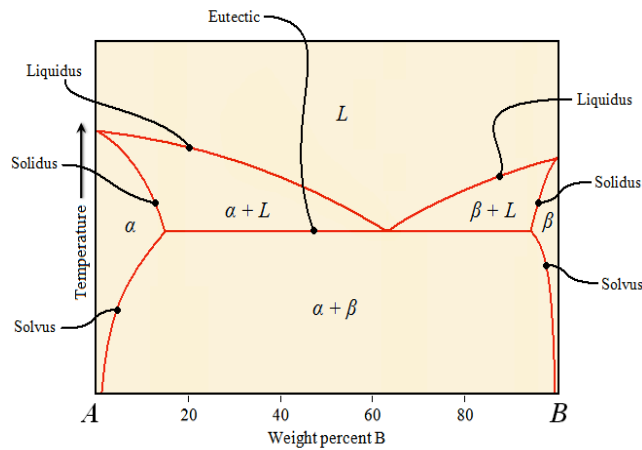


Figura 8. Ejemplo de diagrama de fase binario [14].

Hay puntos y líneas en estos diagramas importantes para su caracterización:

1. Sólido puro o disolución sólida $\alpha+\beta$.
2. Mezcla de disoluciones sólidas (eutéctica, eutectoide, peritética, peritectoide)
3. Mezcla sólido – líquido $\alpha+L$ o $L+\beta$.
4. Únicamente líquido, ya sea mezcla de líquidos inmiscibles (emulsión) o un líquido completamente homogéneo L .

En un diagrama binario pueden aparecer las siguientes regiones:

- a) Línea de liquidus, por encima de la cual solo existen fases líquidas.
- b) Línea de solidus, por debajo de la cual solo existen fases sólidas.
- c) Línea eutéctica y eutectoide. Son líneas horizontales (isotermas) en las que tienen lugar transformaciones eutécticas y eutectoides, respectivamente.
- d) Línea de solvus, que indica las temperaturas para las cuales una disolución sólida (α) de A y B deja de ser soluble para transformarse en (α)+ sustancia pura (A o B).
- e) Concentraciones definidas, en las que tienen lugar transformaciones a temperatura constante: Eutéctica, eutectoide, peritética, peritectoide, monotéctica, monotectoide, sintéctica y catatéctica.

Eutéctico [15], del griego ευτεχτικα significa “bien funde”.

Se denomina eutéctico a la mezcla de sustancias en proporciones tales que tiene un punto de fusión más bajo que el que posee cada una de las sustancias por separado, o el que posee una mezcla con proporción diferente a la eutéctica.

Un eutéctico binario ideal es un sistema de dos sustancias casi insolubles en estado sólido, e infinitamente miscibles (se mezcla en cualquier proporción) en el estado líquido; es decir, a temperatura por encima de la línea liquidus en el diagrama de fase son tratadas como soluciones líquidas de los componentes.

Una reacción eutéctica constituye la transformación de solidificación completa del líquido o bien fusión del sólido. Este tipo de reacción corresponde a un **punto fijo** en el diagrama de fases, es decir, ocurre a una temperatura y composición determinada.

La temperatura eutéctica (T_e), es la máxima temperatura a la que puede producirse la mayor cristalización del solvente y el soluto, o también se puede definir como la temperatura más baja a la cual puede fundir una mezcla de dos sólidos con una composición fija.

Al igual que los puntos fijos de sustancias puras de la EIT-90, al materializar el fenómeno descrito en los párrafos previos, se pueden obtener valores de temperaturas para estados físicos de eutécticos que nos sirvan como puntos fijos de referencia adicionales a los ya establecidos por la EIT-90.

Como se observa en la Tabla I, entre los puntos fijos de la EIT-90 existen grandes intervalos debido a la falta de sustancias puras con puntos de fusión, solidificación o triple, adecuados para cubrirlos. En este caso los puntos fijos eutécticos ofrecen la posibilidades de suplir dicha necesidad.

Para el caso de temperaturas menores al punto de solidificación de la plata los eutécticos son un proveedor abundante de puntos fijos, ya que hay un gran número de ellos repartidos en un amplio rango de temperaturas. Como ejemplo galio forma eutéctico con indio, estaño, zinc, estos forman puntos eutécticos a 16 °C, 20 °C y 25 °C respectivamente.

Similarmente, otras combinaciones de metales forman asociaciones eutécticas con puntos eutécticos a diferentes temperaturas. Los puntos eutécticos que contienen metal-metal cubren el rango de la temperatura ambiente hasta cerca de 800 °C.

Para el intervalo de 0 °C a 30 °C en la EIT-90 solo se encuentran definidos dos puntos fijos de sustancias puras, el punto triple del agua (0.01 °C) y el punto de fusión del galio (29.7646 °C) los cuales pueden ser utilizados para mediciones en termometría de radiación para calibrar termómetros de radiación en dicho intervalo.

1.7. Método de calibración.

Debajo del punto de solidificación de la plata, los termómetros de radiación pueden ser calibrados usando el método multipunto sugerido por Sakuma- Hattori [1, 16, 17], el cual implica el uso de por lo menos tres puntos de temperatura de referencia. Este método involucra determinar (o aproximar) la relación entre la señal que da el termómetro de radiación $S(T)$ definida por,

$$S(T) = \int_0^{\infty} R(\lambda) L_b(\lambda, T) d\lambda \quad (7)$$

y la temperatura del cuerpo negro T , sin medir la respuesta espectral $R(\lambda)$ del termómetro, sólo conociendo el valor de la radiancia espectral $L_b(\lambda, T)$ emitida por el cuerpo negro dada por la ley de Planck a una longitud de onda y temperatura dadas.

Se realiza la aproximación mediante una ecuación de calibración que contiene un número de parámetros ajustables.

Se ha demostrado [18] que la ecuación de calibración para termómetros de radiación tiene la forma general,

$$S(T) = \frac{C}{\exp\left(\frac{c_2}{\lambda_x T}\right) - 1} \quad (8)$$

donde según [9], $c_2 = 1.438\ 7770 \times 10^{-2}$ mK es la segunda constante de radiación, C es una constante de proporcionalidad, y λ_x es una longitud de onda efectiva dependiente de la temperatura, llamada la longitud de onda efectiva extendida.

Para la mayoría de los termómetros de radiación, la longitud de onda efectiva extendida se aproxima en buena medida por una función lineal del inverso de la temperatura,

$$\lambda_x = A + \frac{B}{T} \quad (9)$$

con A y B constantes, dando una forma específica de la ecuación de calibración para (8):

$$S(T) = \frac{C}{\exp\left(\frac{c_2}{AT + B}\right) - 1} \quad (10)$$

La ecuación anterior es la ecuación de Sakuma-Hattori usa la ley de radiación de Planck y consiste en la sustitución de (7) por una expresión para $S(T)$ en términos de varios parámetros que son determinados mediante un ajuste de $S(T)$ por mínimos cuadrados, para mediciones de los valores de la señal a temperaturas de puntos fijos conocidos.

La ecuación (10) es utilizada ya que existe evidencia empírica que sugiere provee la mejor relación entre precisión y número de parámetros del ajuste.

Los parámetros A, B y C son determinados por pares de puntos de calibración de señal y temperatura, (T_i, S_i) , donde $i = 1, 2, \dots, N$, con $N \geq 3$. Cuando $N=3$, la ecuación (10) es conocida como una ecuación de interpolación, y A, B y C se resuelven de manera que la ecuación pasa exactamente a través de cada uno de los tres puntos de calibración.

Así, para poder realizar una calibración utilizando el método de Sakuma-Hattori, en el intervalo de 0 °C a 30 °C, surge la necesidad de diseñar, construir e implementar un tercer punto de referencia que se encuentre dentro de dicho intervalo.

1.8. Eutéctico Ga-In.

El sistema Ga-In es del tipo eutéctico, con solubilidad despreciable del indio en forma sólida (α Ga). Para el diagrama de fase del Ga- In mostrado en la figura 9 se observa un sólido tetragonal retrógrada, con solubilidad 2.3 a % galio en indio y de 14.2 a % indio en galio. En el líquido a una temperatura eutéctica de 15.3 °C [19], se observa la línea liquidus; el subenfriamiento toma lugar en la aleación líquida.

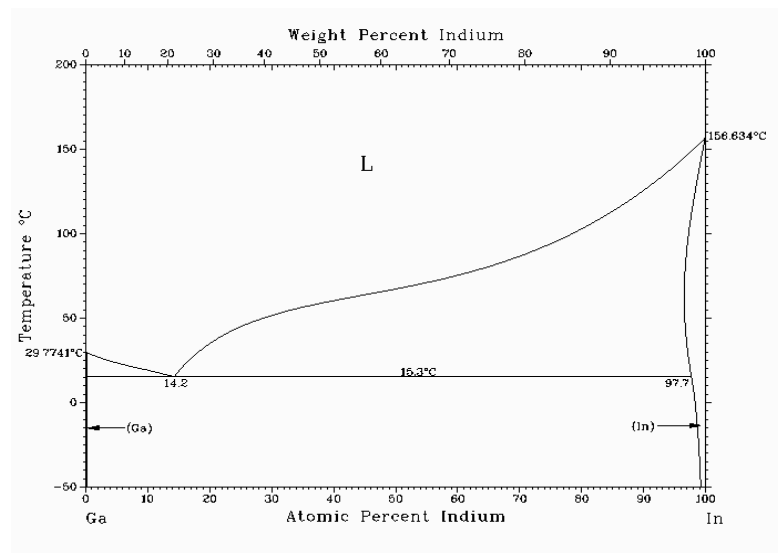


Figura 9. Diagrama de fase del eutéctico Ga-In [20].

El estudio de esta aleación presenta problemas debido a que los sistemas que contienen galio muestran considerables dificultades experimentales porque las aleaciones de galio tienden a subenfriarse, ya que el equilibrio se obtiene sólo después de largos periodos de tiempo.

El eutéctico Ga-In posee una composición eutéctica de 75% Ga, 25% In en peso [21]. En [22] reporta un intervalo dentro del cual se localiza la temperatura eutéctica de 288.4 K a 289.1 K o de 15.25 °C a 15.95 °C y esto nos lleva a que existe una considerable dispersión de los valores.

CAPITULO 2

CAVIDAD DE CUERPO NEGRO PARA EL EUTÉCTICO Ga-In.

En la práctica una fuente de radiación que emite de manera aproximada a un cuerpo negro, es una cavidad a temperatura constante. La temperatura constante se consigue rodeando la cavidad con un punto fijo, en este caso se utiliza una mezcla de Ga-In.

Para poder construir una aproximación a un cuerpo negro con el eutéctico Ga-In necesitamos determinar los parámetros necesarios para la materialización de dicho artefacto.

2.1. Materialización de un cuerpo negro

Si el cuerpo es opaco, no transmite la radiación térmica que incide en él, entonces la transmitancia es igual a cero, $\tau = 0$, se obtiene, de la ecuación (3)

$$\rho + \alpha = 1 . \quad (11)$$

Si ahora suponemos que la superficie no refleja la radiación incidente, su reflectancia es igual a cero, $\rho = 0$, entonces

$$\alpha = 1 . \quad (12)$$

A una superficie con estas características se le conoce como un cuerpo negro debido a que no refleja nada de energía electromagnética.

Por otro lado, la proporción del poder emisor de un cuerpo respecto al poder emisor de un cuerpo negro a la misma temperatura, es igual a la absorbancia del cuerpo,

$$\alpha = \frac{E}{E_b} . \quad (13)$$

Esta proporción también se conoce como la emisividad ε de un cuerpo

$$\varepsilon = \frac{E}{E_b} . \quad (14)$$

puesto que $\varepsilon = \alpha$ es dada por la Ley de Kirchhoff de la radiación térmica, la cual señala que si un cuerpo (o superficie) está en equilibrio termodinámico con su entorno, su emisividad es igual a su absorbancia.

Así, por la ley de Kirchhoff, la emisividad de cualquier superficie real no puede ser mayor que uno ($\varepsilon < 1$), debido a que no es posible térmicamente irradiar más energía que un cuerpo negro en equilibrio. Entonces, las propiedades radiativas de cualquier superficie se pueden comparar con las del radiador ideal o cuerpo negro. Por lo tanto,

podemos elegir al cuerpo negro como una referencia para describir la emisión de una superficie real.

2.2. Aproximación a un cuerpo negro.

Una característica importante de los cuerpos negros es que son los más eficientes para absorber energía ($\alpha = 1$) pero también son los más eficientes para emitirla ($\epsilon = 1$). Es decir, absorbe toda la radiación exterior que recibe, pero al mismo tiempo emite toda la radiación interna.

Dado que las superficies opacas ($\tau = 0$) reales no son cuerpos negros: su emisividad propia o intrínseca es menor que uno ($\epsilon < 1$). Entonces surge el problema de cómo fabricar, con dichas superficies, un objeto que emita radiación de manera muy parecida a la del cuerpo negro. Este problema tiene una solución basada en hacer cavidades huecas con una pequeña apertura.

La superficie de las paredes en una cavidad tiene emisividad propia (o intrínseca) que se denomina la emisividad de la pared y se debe a las propiedades radiativas del material del que esté fabricada. Sin embargo, la cavidad como un todo emite radiación que puede ser muy cercana a uno (emisividad “efectiva” ϵ_{eff} muy cercana a uno).

En una cavidad cerrada con una pequeña apertura la energía radiante incide a través de ella, dicha energía es absorbida por las paredes en múltiples reflexiones y solamente una mínima porción de la radiación se refleja y escapa de la cavidad a través de la apertura.

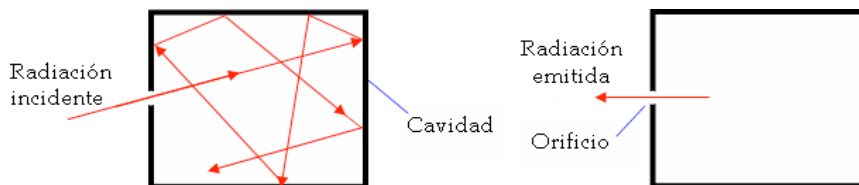


Figura 10. Cavidad cerrada que aproxima la radiación emitida por un cuerpo negro [23].

Debido al cambio que se realiza al llevar a la práctica la idea de cuerpo negro mediante una cavidad cerrada con una apertura, el modelo de radiador ideal es perturbado, lo que nos lleva a tener una cavidad que ya no posee una emisividad efectiva ϵ_{eff} igual a uno (como sería en el caso de un cuerpo negro ideal), entonces para poder tener un cuerpo negro que se acerque al modelo ideal lo que se busca es que el valor de su emisividad efectiva ϵ_{eff} sea lo más cercano a uno.

La propiedad radiativa de una superficie conocida como **emisividad**, se define como la razón entre la radiación emitida por una superficie a una temperatura dada y la radiación emitida por un cuerpo negro a la misma temperatura con las mismas condiciones espectrales y direccionales, esto es, para la misma longitud de onda y ángulo sólido.

En términos de radiancia la emisividad queda como,

$$\varepsilon(\lambda; \theta; \phi; T) = \frac{L_{\lambda,em}(\lambda; \theta; \phi; T)}{L_{\lambda,b}(\lambda; T)} \quad (15)$$

donde

$L_{\lambda,em}(\lambda; \theta; \phi; T)$ es la radiación emitida por la superficie a una temperatura.

$L_{\lambda,b}(\lambda; T)$ es la radiación emitida por un cuerpo negro a la misma temperatura.

2.3. Formas para cavidades de cuerpo negro.

No existe restricción para la forma de una cavidad de cuerpo negro, las más comunes se ilustran en la Figura 11.

La característica común de las cavidades de éste tipo es que el área de la apertura es menor que la de las paredes internas de la cavidad.

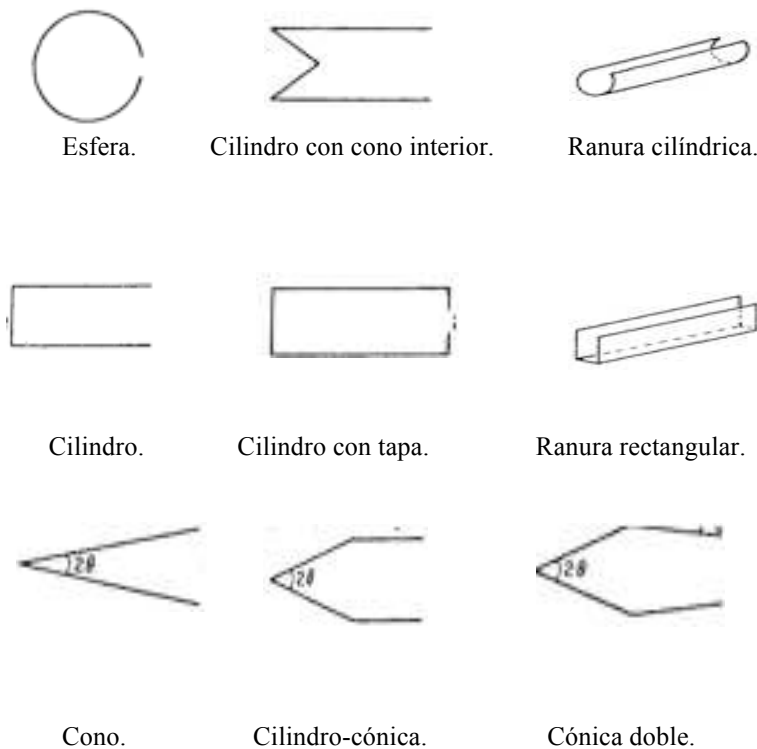


Figura 11. Varias formas geométricas comúnmente usadas para cavidades de cuerpo negro [11].

Muchas de las cavidades con las que se obtiene radiación más aproximada a la de cuerpo negro tienen forma irregular, pero las irregularidades dificultan su fabricación y el cálculo del valor de su emisividad. Debido a esto, se prefiere fabricar cavidades con formas simples.

Las formas más usadas en cavidades de cuerpo negro son la cilíndrica, la cónica, la esférica y la cilindro-cónica. La elección de la forma depende de la conveniencia práctica, del medio en el que se mantiene la temperatura de la cavidad y la facilidad de construcción.

2.4. Materiales para cavidades de cuerpos negros de puntos fijos.

Las cavidades de puntos fijos pueden ser fabricadas de diversos materiales, el grafito y el teflón son ejemplos de posibles materiales pero la elección del material depende del uso de la cavidad, los materiales con los que estará en contacto y la temperatura a la que será usada.

El grafito es uno de los materiales más usados para la fabricación de cavidades de cuerpo negro debido a que el valor de su emisividad intrínseca es alto, $\epsilon_{\text{grafito}} = 0.85 \pm 0.10$ [24]. La resistencia a altas temperaturas da como consecuencia el uso común de este material para la fabricación de cavidades, el inconveniente al grafito es el desgaste que sufre debido a oxidación.

Otro material que se utiliza para fabricar celdas es el teflón. Su alta emisividad, $\epsilon_{\text{teflón}} = 0.85 \pm 0.025$ en el intervalo de 8 a 14 micrómetros (obtenido en el CENAM), lo hace atractivo para construir cavidades de cuerpo negro para bajas temperaturas (menores a 260 °C).

Adicionalmente el teflón es fácil de maquinar y limpiar, posee un bajo coeficiente de fricción (< 0.1), es un material inerte y antiadherente, lo que lo hace muy resistente frente al ataque de infinidad de productos químicos. El teflón tiene un punto de fusión medio, aproximadamente de 342 °C, presenta excelentes propiedades dieléctricas y de aislamiento eléctrico, mantiene sus propiedades físicas dentro de un amplio intervalo de temperaturas de -240 °C a 260 °C y tiene alta resistencia, tanto a la humedad, como al paso del tiempo y a los rayos ultravioleta (UV).

Por todas las propiedades mencionadas, en el presente trabajo se eligió utilizar teflón como material de fabricación de la cavidad del punto fijo.

2.5. Parámetros de diseño.

Para poder establecer las dimensiones y forma geométrica de la cavidad se comienza considerando las características físicas del medio en el cual se reproducirá el punto fijo y las características de trabajo del instrumento con que se medirá la radiación generada por la cavidad.

La cavidad es diseñada en base a las características del horno en el cual será utilizada, el MESTER 20.12 cuyo intervalo de trabajo es de -20°C a 100°C.

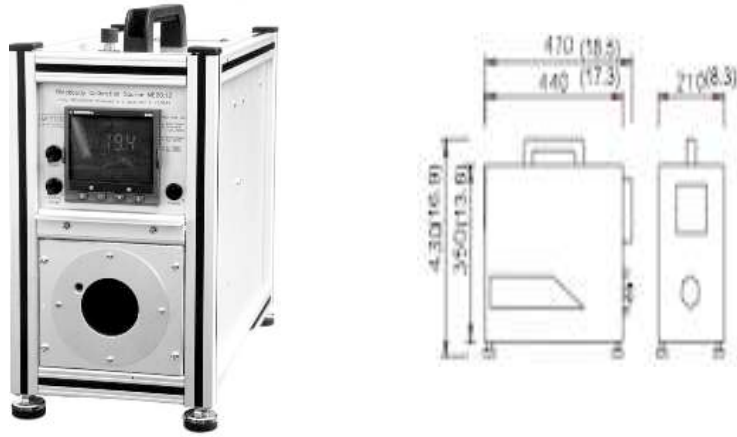


Figura 12. Horno MESTER 20.12, vista frontal y transversal [25].

Como se muestra en la Figura 13, la cavidad del horno es cilíndrica con fondo terminando en medio cono, tiene un diámetro de apertura de 60 mm y longitud de 300 mm.

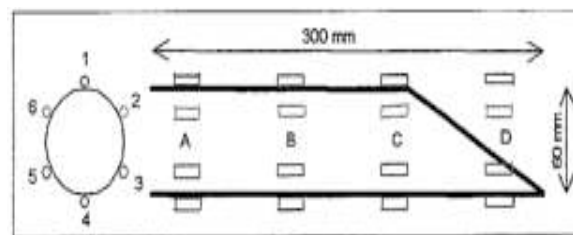


Figura 13. Medidas de la cavidad del horno MESTER 20.12 [25].

La cavidad del horno está inmersa en un tubo de cobre por el que circula un volumen de 1.3 litros de una mezcla de glicol y agua (uno a uno) [25]. El tiempo de estabilización es de aproximadamente una hora, la uniformidad de la temperatura del horno es de ± 0.02 °C en el intervalo de 0 °C a 30 °C.

El crisol que contenga al Ga-In será colocado dentro de la cavidad del horno, por lo que para el cuerpo del crisol de la cavidad se elige una forma geométrica cilíndrica.

El Termómetro de Radiación (TR) a utilizar es marca Heitronics, modelo: TRT-II. Tiene como características de trabajo un enfoque fijo a 363 mm cuando se utiliza en el modo monocromático a una longitud de onda de 3.9 μm y a 385 mm cuando se utiliza en el intervalo de longitudes de onda de 8 μm a 14 μm .

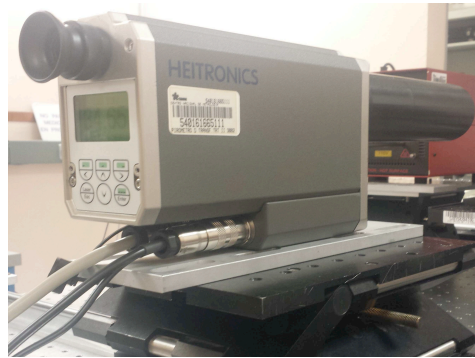


Figura 14. Termómetro de radiación TRT-II.

El intervalo de trabajo del TR en temperatura es de $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ distribuido de la siguiente manera, de $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ para el modo monocromático de $3.9\text{ }\mu\text{m}$ y de $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ para el intervalo de 8 a $14\text{ }\mu\text{m}$, con un tiempo de respuesta de 3 segundos, recomendado por el fabricante [26].

Por otro lado, ya que lo que se espera medir es la temperatura de un cuerpo negro, entonces la emisividad programada en el TR es 1.

En cada TR existe el llamado efecto de tamaño de fuente, se debe a efectos de difracción, esparcimiento, reflexiones y aberraciones en sus componentes ópticas. Dicho efecto origina que parte de la radiación de la zona enfocada por el termómetro no llegue al detector del TR.

Mediante la función del efecto del tamaño de fuente efectiva se puede conocer el error de medición que se genera por la cantidad de radiación que proviene de otras fuentes diferentes al objetivo para diferentes diámetros del tamaño de la fuente.

En la figura 15 se muestra la estimación de la función del efecto de tamaño de fuente para el termómetro de radiación TRT-II.

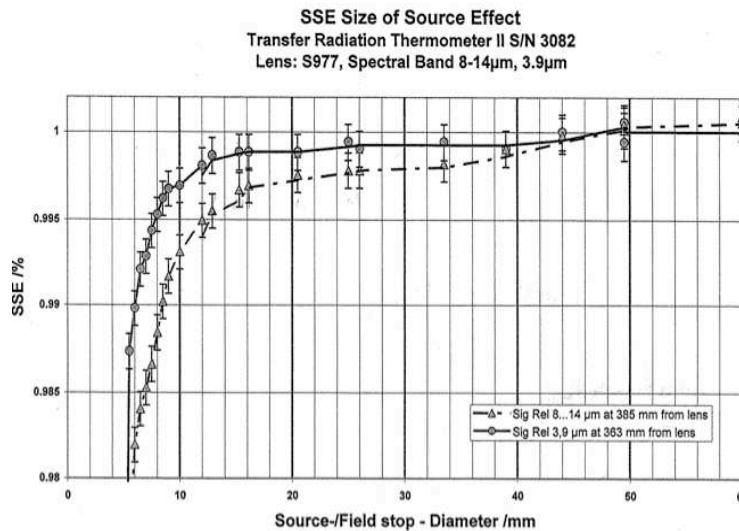


Figura 15. Función del efecto de tamaño de fuente del termómetro de radiación TRT-II. [26].

Para poder realizar una medición confiable usando un termómetro de radiación, se necesita tomar en cuenta el diámetro mínimo que debe tener la fuente radiante para así asegurar que determinado porcentaje de la radiación que capta el TR proviene de la fuente (spot size).

En nuestro caso elegimos el diámetro mínimo de apertura de la fuente de 20 mm, porque, de acuerdo con la Figura 15, más del 99.5% de la radiación captada proviene de la fuente al usar el TR en el intervalo de 8 a 14 μ m, dado que la temperatura en la que se trabaja es aproximadamente 16 $^{\circ}$ C que está dentro del intervalo de temperatura de -50 a 300 $^{\circ}$ C.

Cuando el área de la apertura de la cavidad es pequeña en comparación con el área de las paredes internas, ésta tiene un valor de emisividad efectiva muy cercana a 1. Esta condición puede ser satisfecha por una cavidad de forma geométrica cilíndrica cuando la relación entre el diámetro y longitud del cilindro es grande, de tal manera que la apertura en el cilindro se ajusta para que sea una fuente de calibración para termómetros de radiación.

Con esto en mente para nuestro caso particular, al usar el horno MESTER y el termómetro de radiación TRT-II se propuso una forma cilindro-cónica para la cavidad con un diámetro D aproximado de 20 mm, longitud, L del cilindro de 123 mm, lo que nos lleva a una razón $D/L=0.16$ y un ángulo de 120 grados en el vértice del cono.

CAPITULO 3

CONSTRUCCIÓN DE LA CAVIDAD DE CUERPO NEGRO PARA EL EUTÉCTICO Ga-In

3.1. Diseño.

La cavidad formará parte de un crisol que contendrá el eutéctico Ga-In, dicho material rodeará la cavidad y será protegido del ambiente mediante tapas. Tiene forma cilindro-cónica.

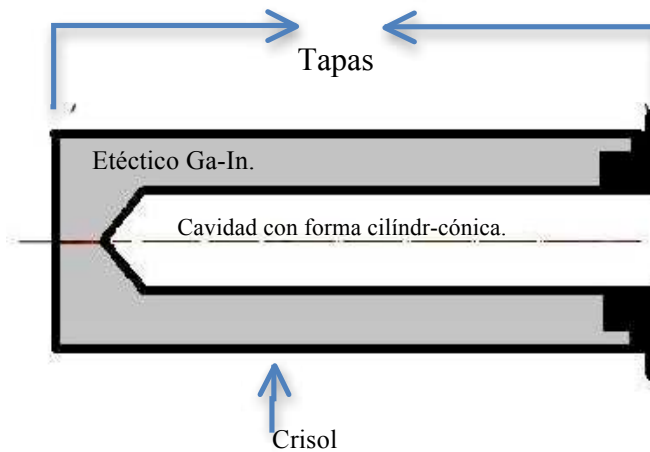


Figura 16. Esquema de la sección transversal del crisol conteniendo la mezcla eutéctica Ga-In, la cavidad, las tapa del crisol.

Las dimensiones de la celda y la sección transversal de sus componentes se muestran en las Figuras 17 y 18.

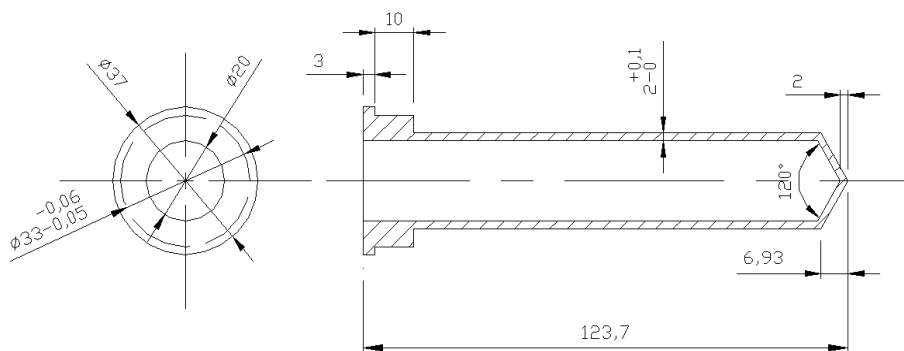


Figura 17. Sección transversal de la cavidad y de la tapa frontal del crisol, dimensiones propuestas en milímetros.

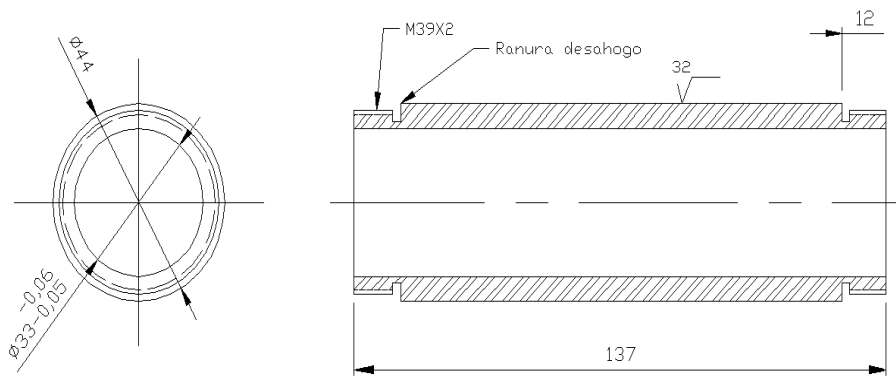


Figura 18. Sección transversal del contenedor y de la tapa externa del crisol, dimensiones propuestas en milímetros.

3.2. Dimensiones finales.

Todas las partes del crisol fueron maquinadas de barras de teflón con paredes con 2 mm de grosor. Las dimensiones finales de la celda posteriores al maquinado son las que se notan en las Figuras 19 y 20.

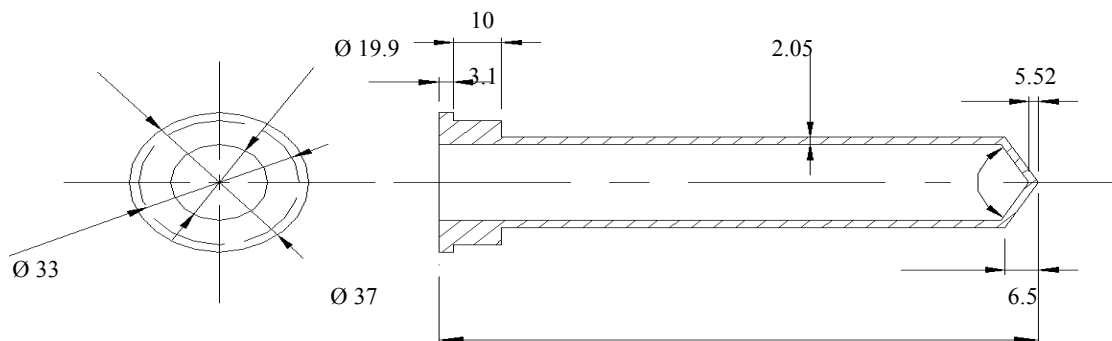


Figura 19. Sección transversal de la cavidad y de la tapa frontal del crisol, dimensiones finales en milímetros.

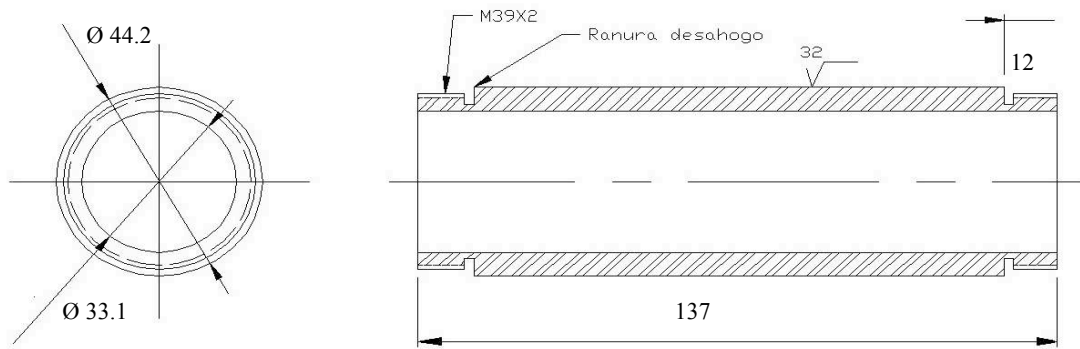


Figura 20. Sección transversal del contenedor y de la tapa externa del crisol, dimensiones finales en milímetros.

Los componentes del crisol se muestran en la siguiente imagen.

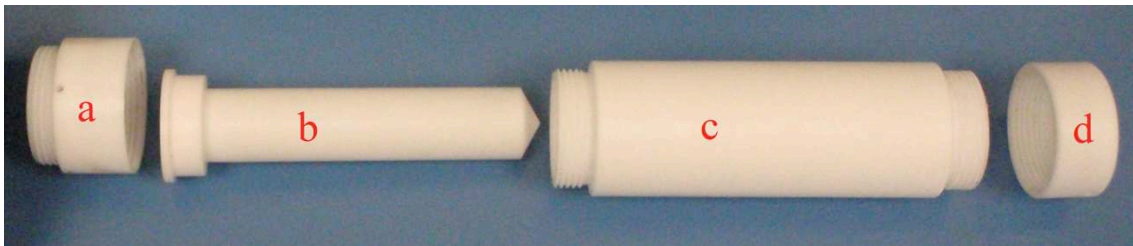


Figura 21. Componentes del crisol fabricado de teflón, a) tapa frontal, b) cavidad de cuerpo negro, c) contenedor y d) tapa trasera.

En la Figura 22 se puede apreciar el crisol armado.



Figura 22. Crisol de teflón armado.

3.3. Llenado del crisol.

Para asegurarnos de que la mezcla eutéctica esté libre de impurezas que puedan modificar su comportamiento, antes de llenar el contenedor del crisol primero se llevó a cabo su limpieza.

Limpieza del crisol.

Para limpiar las componentes del crisol utilizamos:

1. Agua corriente.
2. Desengrasante.
3. Acetona.
4. Agua destilada tipo 1.
5. Cepillo fino.
6. Resguardo del polvo.

El procedimiento de limpieza es el siguiente:

- 1.- Los componentes del crisol se lavaron con agua corriente a chorro y los residuos posteriores al maquinado se retiraron con un cepillo fino.
- 2.- Posteriormente se utilizó desengrasante (comercial) para eliminar la pintura, grasa y otros contaminantes que resultaron del maquinado.
- 3.- Se retiró el desengrasante con agua corriente a chorro.
- 4.- Se llenó el crisol con acetona y se dejó reposar así por 20 horas.
- 5.- Se lavó con agua destilada tipo 1 a chorro.
- 6.- Se secó al ambiente por evaporación (3 horas aproximadamente).
- 7.- Se resguardó dentro de una bolsa plástica para evitar contaminación previa al llenado.

Posterior al lavado se procede al llenado.

Materiales para el llenado:

a) El crisol se llenó con una mezcla de eutéctico Ga- In con las siguientes características,

Gallium Indium eutectic,

Pureza: 99.99% metals basis.

Marca: Alfa Aesar.

Fórmula: Ga: In; 75.5: 24.5 wt%.

Punto de fusión: 15.7 °C aproximadamente.

Densidad: 6.2 g/cm³.
Lote: Q18A045.

Características dadas por el fabricante.

El crisol tiene un volumen interno de 60 ml. Partiendo del hecho de que el galio expande al 3% en estado sólido y dado que la mezcla contiene 75% de galio, entonces se espera una expansión similar del eutéctico al pasar a la fase sólida. Por esta razón se utilizaron aproximadamente 300 g de aleación para llenar el contenedor a un volumen aproximado de 48.4 ml, dándole con esto la libertad de expansión.

- b) Báscula analógica marca OHAUS, con resolución de 0.1 g.
- c) Cinta de teflón.
- d) Gas Argón.
- e) 6 frascos de 50 g (300 g) de mezcla eutéctica de Ga-In.

Procedimiento de llenado:

1. Se calentó el crisol a 150 °C para asegurar que no existieran residuos de agua y se dejó enfriar al ambiente.
2. Se cubrieron las cuerdas de las tapas del crisol con cinta de teflón para lograr un cierre hermético.
3. Se pesó el crisol armado y se obtuvo un peso de $W_c=306$ g.
4. Se llenó el contenedor del crisol con gas Argón para desplazar completamente el aire contenido con un flujo de 0.0047 m³/min.



Figura 23. Argón inyectado dentro del crisol para desplazar el aire contenido.

5. A temperatura ambiente el eutéctico a utilizar se encuentra en estado líquido, se vertieron aproximadamente 300g de Ga-In dentro del contenedor de la celda, siempre manteniendo un ambiente de argón para evitar que ingrese aire dentro del contenedor, el cual se logró haciendo fluir argón desde la parte superior del contenedor de la cavidad y cubriendo los alrededores con una película plástica.



Figura 24. Llenado del crisol con el eutéctico Ga-In.

6. Se cerró el crisol.
7. Se pesó el crisol que ya contiene material y se obtuvo un peso de $W_{c+m} = 595$ g.
8. El peso de la mezcla que contiene el crisol es $W_m = 289$ g.
9. Se dejó reposar el crisol a temperatura ambiente durante un día para verificar que no existiera fuga de material.



Figura 25. Crisol de Ga-In junto con los contenedores del material utilizado.

10. Se enfrió el crisol a 12 °C para solidificar el material y observar si existían fugas; no se observaron tales.

CAPITULO 4

ESTIMACIÓN DE LA EMISIVIDAD EFECTIVA DE LA CAVIDAD DEL EUTÉCTICO Ga-In.

Para emplear una cavidad como una referencia en termometría de radiación, es necesario comparar sus características radiativas contra las de un cuerpo negro cuando se compone de un material y forma geométrica específicos.

Para estimar el valor de emisividad efectiva (o total) de la cavidad, se toma en cuenta el valor de la emisividad debida a las múltiples reflexiones internas y el valor de la emisividad del material del cual está fabricada. La emisividad efectiva es la relación que compara la cantidad de radiación de una cavidad a una temperatura determinada, contra la cantidad de radiación de un cuerpo negro ideal a la misma temperatura.

Experimentalmente se observa que las cavidades no son isotérmicas y debemos tomar en cuenta que la falta de uniformidad de la temperatura puede cambiar significativamente sus características de radiación.

El valor de la emisividad efectiva en cada caso individual depende de la forma de la cavidad, las características ópticas de sus paredes internas, la distribución de la temperatura sobre las paredes de la cavidad y las condiciones de observación.

En nuestro caso, el fondo de la cavidad tuvo un diseño cónico para incrementar la emisividad de la cavidad.

La emisividad efectiva se puede estimar de dos maneras, una mediante el cálculo analítico y otra mediante una aproximación numérica.

4.1. Estimación analítica.

Para el tipo de cavidades descritas en este trabajo existen muchos métodos para estimar la emisividad efectiva analíticamente. Uno de los métodos, conocido como el método integral, consiste en dividir la superficie interna de la cavidad en elementos de área infinitesimales para los cuales se calcula su emisividad efectiva.

Dicho método aplica para cavidades isotérmicas difusas, hechas con el mismo material en todas sus paredes. El método consiste en la estimación de la radiación semiesférica efectiva de un elemento infinitesimal de la superficie interior de una cavidad que emite de manera difusa y difusamente reflectante. La radiación semiesférica efectiva del elemento diferencial es igual a la radiación semiesférica efectiva emitida por el elemento en sí mismo más la radiación reflejada procedente de otros elementos de la pared de la cavidad.

En [27] se presenta una ecuación para estimar la emisividad efectiva (ϵ_a) para una cavidad con forma geométrica cilindro-cónica. El cálculo se realiza de la siguiente manera, la emisividad efectiva de un elemento diferencial de área (dA_{x_0}) de la pared de la cavidad en la posición x_0 es,

$$J(x_0)dA_{x_0} = \varepsilon E_b(T_{x_0})dA_{x_0} + (1 - \varepsilon) \int J(x) dF_{x,x_0} dA_x \quad (16)$$

Donde J es la radiación efectiva semiesférica, ε es la emisividad intrínseca de la pared de la cavidad, E_b es la radiación de un cuerpo negro, dA_x es el área de un elemento diferencial en la pared de la cavidad en la posición x , $dF_{x_0,x}$ es un factor de ángulo o factor de forma que se define como la fracción de la radiación que sale de un elemento dA_x que es interceptada por un elemento dA_{x_0} .

Se supone que el material en la cavidad es uniforme lo que implica que el valor de ε es el mismo en toda la cavidad.

Se puede ver que en la ecuación (16) el primer término corresponde a la radiación de dA_{x_0} si perteneciera a un cuerpo negro y el segundo término corresponde a la radiación que es reflejada hacia el elemento de área dA_x y que proviene de las reflexiones originadas por otros elementos de las paredes de la cavidad.

La relación de reciprocidad entre factores de forma en una emisión difusa es [28]

$$dA_{x_0} dF_{x_0,x} = dA_x dF_{x,x_0} \quad (17)$$

Al utilizar (17) en (16) obtenemos

$$J(x_0)dA_{x_0} = \varepsilon E_b(T_{x_0})dA_{x_0} + (1 - \varepsilon) \int J(x) dF_{x_0,x} dA_{x_0} \quad (18)$$

Ya que dA_{x_0} no depende de x , entonces podemos reescribir la ecuación anterior como sigue,

$$J(x_0) = \varepsilon E_b(T_{x_0}) + (1 - \varepsilon) \int J(x) dF_{x_0,x} \quad (19)$$

Por otro lado, recordemos que la emisividad efectiva de las paredes de una cavidad se define como

$$\varepsilon_a = J/E_b(T_0) \quad (20)$$

Entonces al sustituir (19) en (20) queda

$$\varepsilon_a(x_0) = \varepsilon E_b(T_{x_0})/E_b(T_0) + (1 - \varepsilon) \int \varepsilon_a(x) dF_{x_0,x} \quad (21)$$

Con

$$\varepsilon_a(x) = J(x)/E_b(T_0) \quad (22)$$

Aplicando la ecuación anterior para una cavidad isotérmica como se supuso $T_0 = T_{x_0}$, entonces $E_b(T_0) = E_b(T_{x_0})$ así, $E_b(T_0)/E_b(T_{x_0}) = 1$, luego,

$$\varepsilon_a(x_0) = \varepsilon + (1 - \varepsilon) \int \varepsilon_a(x_1) dF_{x_0,x_1} \quad (23)$$

para algún otro punto x_1 en la cavidad.

Otra hipótesis es que la emisividad del material de las paredes es uniforme en toda la cavidad, así

$$\varepsilon_a(x_1) = \varepsilon + (1 - \varepsilon) \int \varepsilon_a(x_2) dF_{x_1, x_2} \quad (24)$$

para algún x_2 en la cavidad.

Sustituyendo (24) en (23) obtenemos

$$\begin{aligned} \varepsilon_a(x_0) &= \varepsilon + (1 - \varepsilon) \int (\varepsilon + (1 - \varepsilon) \int \varepsilon_a(x_2) dF_{x_1, x_2}) dF_{x_0, x_1} \\ \varepsilon_a(x_0) &= \varepsilon (1 + (1 - \varepsilon) \int dF_{x_0, x_1} + (1 - \varepsilon)^2 \int \int \varepsilon_a(x_2) dF_{x_1, x_2} dF_{x_0, x_1}) \end{aligned} \quad (25)$$

Si definimos a $M_1 = \int dF_{x_0, x_1}$,

$$M_2^2 = \int \int dF_{x_1, x_2} dF_{x_0, x_1},$$

·

·

$$M_n^n = \int \dots \int \int dF_{x_{n-1}, x_n} \dots dF_{x_1, x_2} dF_{x_0, x_1}.$$

Con $M_i < 1$ [29], entonces al aplicar la hipótesis de uniformidad del material para n número de puntos, la ecuación (25) queda

$$\varepsilon_a(x_0) = \varepsilon [1 + (1 - \varepsilon) M_1 + (1 - \varepsilon)^2 M_2^2 + \dots + (1 - \varepsilon)^n M_n^n]$$

Tomando a $M_{\max} = \text{Max}(M_1, M_2, \dots, M_n)$, $M_{\min} = \text{Min}(M_1, M_2, \dots, M_n)$, entonces

$$\varepsilon / [1 - (1 - \varepsilon) M_{\min}] < \varepsilon_a(x_0) < \varepsilon / [1 - (1 - \varepsilon) M_{\max}] ,$$

De acuerdo al teorema del valor medio,

$$\varepsilon_a(x_0) = \frac{\varepsilon}{[1 - (1 - \varepsilon) M_{\text{eff}}]} , \quad (26)$$

donde $M_{\min} < M_{\text{eff}} < M_{\max}$, $M_{\text{eff}} = \text{Meff}(x_0, M_{\max}, M_{\min})$

De acuerdo a la ecuación (26), la emisividad efectiva de un elemento en la pared de la cavidad del cuerpo negro puede ser expresada como una función de la emisividad del material y el factor de ángulo efectivo, si la cavidad es isotérmica con emisividad del material uniforme.

Cuando x_0 está en el fondo de la cavidad [29], $M_1 = dF_{x_0, x_1} \rightarrow 1$.

Fijemos $M_{eff} = M_1^2$, entonces la emisividad efectiva de la pared trasera de la cavidad del cuerpo negro prácticamente es:

$$\varepsilon_a(x_0) = \frac{\varepsilon}{1 - (1 - \varepsilon)M_1^2} \quad (27)$$

La ecuación (27) da una aproximación para el cálculo de la emisividad efectiva de una cavidad de cuerpo negro isotérmica.

Si consideramos la aplicación de la ecuación (27) a la cavidad de cuerpo negro mostrada en la Figura 25.

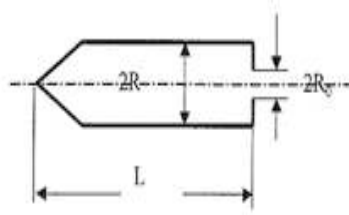


Figura 26. Cavidad de cuerpo negro [27].

De acuerdo a [27] para la Figura 25, $M_1 = 1 - R_0^2/(2L^2)$. Entonces la ecuación (27) queda como

$$\varepsilon_a(x_0) = \frac{\varepsilon}{1 - (1 - \varepsilon)(1 - R_0^2/(2L^2))^2} \quad (28)$$

Donde,

L= Longitud de la cavidad.

R₀= Apertura de la cavidad.

ε = Emisividad intrínseca del material de la cavidad.

Se realizó el cálculo aproximado de la emisividad efectiva para el caso propuesto de la cavidad que se fabricó para contener al Ga-In, con ayuda de la ecuación aproximada (28) aplicada a la cavidad en condiciones isotérmicas, con forma geométrica cilindro cónica. Los parámetros de la cavidad son los siguientes,

Longitud de la cavidad, L = (117.1 ± 0.03) mm.

Apertura de la cavidad, R₀ = (20 ± 0.03) mm.

Emisividad del teflón, ε = 0.85 ± 0.025.

La emisividad calculada por medio de la ecuación aproximada (28) nos da una estimación gruesa de la emisividad efectiva de una cavidad en concreto, para nuestro caso la emisividad efectiva calculada es $\varepsilon_a = 0.9949 \pm 0.001$.

La estimación de su incertidumbre se calculó conforme a la GUM [30].

4.2. Estimación numérica.

Es difícil realizar mediciones directas de la emisividad efectiva de fuentes de radiación de cuerpo negro, lo que se mide es la reflectancia efectiva ($\epsilon = \alpha = 1 - \rho$) pero para esto existen muchas complicaciones prácticas, como por ejemplo, de acuerdo a la ley de Kirchhoff, la emisividad es igual a la absorbancia sólo para condiciones de equilibrio térmico y no puede aplicarse en cavidades no isotérmicas. Por este y muchos otros conflictos prácticos, los métodos computacionales es una forma de determinar la emisividad efectiva de una manera más exacta.

Existen varios modelos de características de radiación de cavidades de cuerpo negro, por ejemplo, para calcular la emisividad efectiva de una cavidad existen: el modelo de la cavidad con reflectancia difusa [11], el modelo de la cavidad con reflectancia perfectamente especular [31], el modelo de la cavidad con reflectancia homogénea especular-difusa [32], entre otros. En general, sólo se pueden resolver de manera numérica y las soluciones se obtienen por los métodos de ecuaciones integrales, métodos de reflexión en series y método de Monte Carlo.

Un programa de cómputo para estimar la emisividad efectiva de cavidades por el método de Monte Carlo es el STEEP322 [33], el cual se basa sobre el método de trazado de rayos implementado para cavidades con simetría axial, modela el intercambio de calor por radiación entre paredes de la cavidad y la propagación de radiación de un cuerpo negro a un detector de radiación.

El cálculo de la emisividad efectiva está basado en el teorema de reciprocidad óptica, la técnica de trazado de rayos hacia atrás y el método de pesos estadísticos. El algoritmo realiza el modelado de diversas condiciones de visualización de la cavidad con distribuciones de temperatura arbitraria.

El STEEP322 está enfocado para el modelado numérico de características de radiación de cavidades de cuerpo negro, se usa para el diseño, optimización y evaluación de la aplicación de cuerpos negros utilizados como fuentes de referencia estándar en termometría de radiación, radiometría, fotometría y para las calibraciones de detectores de radiación óptica.

El modelo utilizado es el modelo general de reflexión especular-difusa (GSD) el cual se aplica para las propiedades ópticas de cada superficie que forma la cavidad; este modelo toma en cuenta la dependencia angular de la componente especular de reflexión. El GSD representa la radiación reflejada por una superficie como la suma de dos componentes, difusa y especular.

Las principales características de uso del STEEP322 son:

1. Cavidades axialmente simétricas formadas por rotación de una línea poligonal que tiene hasta 1001 vértices.
2. Cálculos secuenciales de emisividades efectivas espectrales y temperaturas de radiancia de hasta 1001 longitudes de onda.

3. Cálculo simultáneo de la de emisividad efectiva y la temperatura de radiancia para un máximo de 20 distribuciones de temperatura.
4. Cada distribución de la temperatura puede ser definida en hasta 1001 puntos en las paredes de la cavidad.
5. Cálculos secuenciales de emisividad efectiva y temperatura de radiancia para un máximo de 201 diferentes condiciones de visión.
6. Tiene cinco tipos de condiciones de visualización, cada uno con hasta cinco parámetros geométricos.
7. Posibilidad para calcular secuencialmente y graficar emisividades efectivas y temperaturas de radiancia variando el parámetro de condiciones de visión.
8. Tiene la posibilidad de tomar en cuenta la contribución de una radiación de fondo diferente de cero.
9. Posee una base de datos incorporada expandible para:
 - a) Parámetros geométricos y distribuciones de temperatura.
 - b) Propiedades ópticas de los materiales y revestimientos (Modelo de Reflexión General Especular-difusa).
 - c) Resultados de modelos numéricos (emisividades espectrales efectivas y temperaturas de radiancia).
10. Posibilidad de introducir datos medidos, así como para construir físicamente posibles modelos GSD de reflexión para cada material de superficies de la cavidad.
11. Uso de hasta 91 ángulos de incidencia y hasta 1001 longitudes de onda para reflectancia del material.
12. Posibilidad de guardar los datos tabulados en archivos de texto o como hojas de cálculo de MS Excel.
13. Generador automático de informes en formato ASCII.
14. Gráficas editables, exportables e imprimibles que representan:
 - A. La dependencia de la reflectancia del material en longitud de onda.
 - B. Distribuciones de temperatura a lo largo de la generatriz de la cavidad.
 - C. Dependencias de emisividades efectivas y temperaturas de radiancia en longitud de onda.
 - D. Dependencias de emisividades efectivas y temperaturas de radiancia en un parámetro variable de condiciones de visión.

Para el uso del programa STEEP322 se necesita,

1. Valor de reflectancia del material de la cavidad.

Para esto, el STEEP322 posee una base de datos que contiene los valores de reflectancia para diferentes ángulos de incidencia y por lo tanto emisividad intrínseca de una lista de varios materiales, en nuestro caso se utilizó el valor de reflectancia de 0.15 que le corresponde al teflón, esto para todo ángulo de incidencia.

2. Definir de entre ocho diferentes modelos de reflexión e introducir los datos de reflectancia de forma manual o carga de archivo.

Se usó el modelo de reflexión difusa (lambertiana). Ya que la reflectancia lambertiana no depende del ángulo de incidencia.

3. Forma de la cavidad.

Se especifican las dimensiones geométricas de la cavidad. Se define la forma de la cavidad con las coordenadas de los puntos generatrices. En nuestro caso se definieron las dimensiones que corresponden a la cavidad cilindro-cónica ya fabricada cuya longitud es $L = 117 \text{ mm}$, la apertura de la cavidad $R_0 = 20 \text{ mm}$, y el ángulo del vértice de 120 grados.

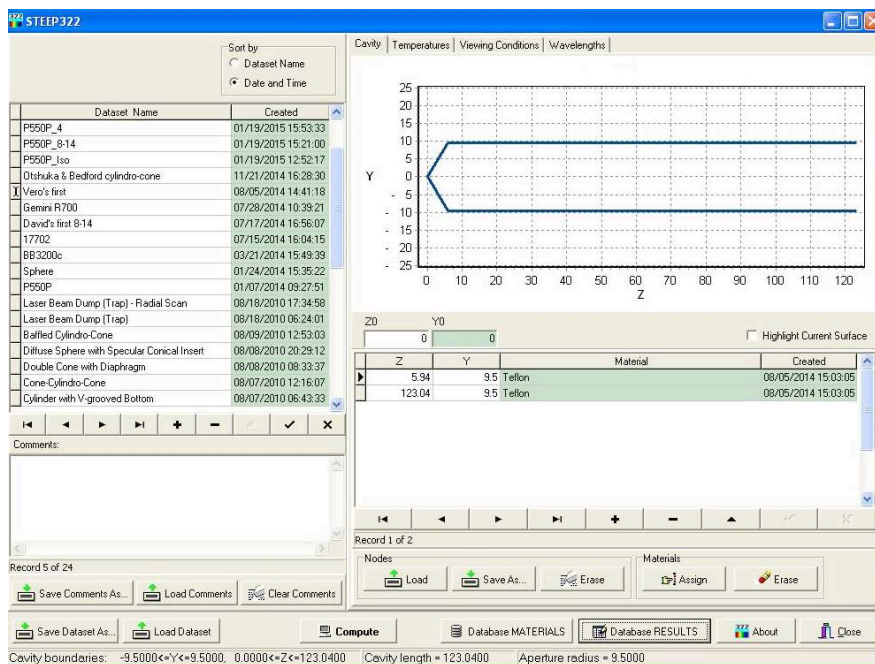


Figura 27. Definición de la forma geométrica de la cavidad en el programa STEEP322.

4. Información del material para cada punto en la cavidad.

Como se observa en el lado derecho de la Figura 26, definimos una cavidad uniforme de teflón, el valor de la emisividad intrínseca fue de 0.85.

5. Información sobre la distribución de temperatura.

Debido a que es una cavidad de punto fijo se consideró una cavidad isotérmica de acuerdo a lo establecido en [1]. La temperatura de la cavidad se definió en 288.9 K o 15.75 °C, temperatura eutéctica esperada para el Ga-In.

6. Condiciones de detección.

Se utiliza la Emisividad efectiva normal (Normal Effective Emissivity) o haces colimados.

Para la emisividad efectiva normal, los rayos dentro de un haz colimado de sección circular con radio RB alcanzan el detector. El eje del haz es paralelo al eje de la cavidad y YB es la distancia entre ellos.

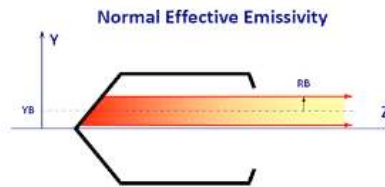


Figura 28. Emisividad efectiva normal [33].

Para nuestro caso $YB = 0$ y $RB = 4.5$, esto queda definido a partir del detector utilizado, en nuestro caso el termómetro de radiación tiene un spot size de 9 mm y montaje fijo.

7. Longitudes de onda.

Puesto que la reflectancia espectral de diferentes materiales utilizados para diferentes superficies que forman una cavidad puede ser definida a través de diferentes conjuntos de longitudes de onda, el programa de simulación STEEP322 emplea interpolación y extrapolación de todos los datos espectrales para longitudes de onda prescritas para las que se calculan las emisividades espectrales y temperaturas de radiancia. Estas longitudes de onda tienen que definirse.

En nuestro caso definimos el intervalo de longitud de onda de 8 a 14 micrómetros, con incrementos de 0.5 micrómetros, que es el intervalo de trabajo del termómetro de radiación para la temperatura aproximada de 16 °C.

8. Parámetros para Monte Carlo.

Se tienen que introducir dos parámetros que determinan la exactitud de modelado: el número N de rayos y el umbral de luminosidad γ . El primer parámetro define el componente aleatorio de la incertidumbre en los cálculos de emisividad efectiva. Debido al carácter estocástico del algoritmo utilizado en el STEEP322, la incertidumbre

aleatoria de cálculos varía en proporción inversa de N. La elección de N en gran medida depende de la desviación de la emisividad efectiva de la unidad. Por lo general, para el modelado de una cavidad con emisividad efectiva de 0.99 a 0.9999 para una condición isotérmica, $N = 1\ 000\ 000$ es suficiente para cualquier distribución de la temperatura realista. Nosotros elegimos $N = 1\ 000\ 000$.

El segundo parámetro, que afecta a la exactitud de los cálculos, es el umbral de luminosidad γ . Este parámetro define la posibilidad de interrumpir el seguimiento de los rayos que transportan muy poca cantidad de energía. En nuestro caso se utiliza $\gamma = 0$.

El resultado del cálculo numérico de la emisividad de la cavidad es $\epsilon_{bb} = \mathbf{0.9992 \pm 0.0004}$.

La estimación de la incertidumbre se describe en el siguiente capítulo, la que se realizó como lo establece [30].

CAPITULO 5

MEDICIÓN DE LA TEMPERATURA DE FUSIÓN DEL EUTÉCTICO Ga-In.

Una vez fabricada la cavidad del cuerpo negro de punto fijo basado en la mezcla eutéctica de Ga-In, se procedió a la obtención de la transición de fase sólido-líquido.

La aleación de Ga-In experimenta el fenómeno de sobreenfriamiento debido a la cantidad de galio presente en la mezcla. La temperatura de inicio de solidificación depende de la concentración de la mezcla [34], debido a esto para nuestro caso la composición se mantiene constante (Ga: In; 75.5: 24.5 wt%).

Para la obtención de la transición de fase, se debe tomar en cuenta la reproducibilidad de la temperatura de fusión. La reproducibilidad en la transición de fase en eutécticos binarios difiere notablemente con la presentada en metales puros [35, 36]. La transición de fase sólido-líquido de metales puros se obtiene al mantener la temperatura del horno más alta que la temperatura de fusión. Cuando el horno se calienta, la muestra sólida alcanza la temperatura de fusión, luego la temperatura se mantiene estable hasta que todo el material se funde. Las curvas de fusión de metales puros son altamente reproducibles, en algunos casos la reproducibilidad es de 0.25 m°C. Su alta reproducibilidad y estabilidad son las principales razones para las que estos fenómenos sean usados para definir la EIT-90.

En el caso de aleaciones eutécticas, si se lleva a cabo la fusión en la misma forma que en el caso de metales puros, las mesetas obtenidas son menos reproducibles. La dispersión del valor de la temperatura de fusión en eutécticos varía hasta 10 m°C [35, 37]. La razón de la baja reproducibilidad es la manera en la que las mezclas eutécticas llegan a su estado de equilibrio durante la fusión. En el caso de metales puros el tiempo en el que llegan al equilibrio térmico sólo depende de su conductividad térmica [35], cuanto mayor es la conductividad térmica, más rápido se alcanza la temperatura uniforme en toda la muestra. Sin embargo, para el caso eutéctico debido a que es una mezcla de dos metales se debe buscar que ambos metales lleguen a un equilibrio térmico.

Experimentalmente se ha demostrado [36] que existe una estrecha relación entre la temperatura inicial de solidificación un eutéctico y su temperatura de fusión. En cada fusión, una muestra eutéctica probablemente se encuentre en un estado de equilibrio transitorio diferente debida a que su estructura cristalina pudo ser modificada al solidificarse, y como consecuencia, no se reproducirá la misma temperatura de fusión.

El tiempo que tarda un determinada cantidad de aleación eutéctica en el proceso de fusión es el llamado tiempo de relajación, el cual depende de la estructura cristalina de la red del material.

Se puede obtener aproximadamente la misma estructura cristalina de la red del material [36] mediante la solidificación lenta de muestras parcialmente fundidas. Si se parte del mismo estado de equilibrio sólido se puede suponer una misma estructura cristalina de la muestra al comenzar la fusión con lo que se lograría una temperatura de fusión definida, entonces la temperatura de fusión se puede reproducir al establecer condiciones determinadas de solidificación.

5.1. Obtención de la transición de fase sólido-líquido del eutéctico Ga-In.

Existen dos factores que influyen en la reproducibilidad de la temperatura de fusión, el proceso de solidificación de la muestra y la temperatura nominal del horno al fundirla.

Según lo reportado en [34] las mezclas de Ga-In tienen una temperatura de sobreenfriamiento que depende de la viscosidad de la aleación, la cual a su vez depende de la concentración de cada uno de los metales en la mezcla. Es decir, dada una concentración en la mezcla eutéctica y los parámetros de solidificación, y como consecuencia una temperatura inicial de solidificación de la muestra, se provocará una estructura cristalina que determina una estructura sólida particular.

En nuestro caso, la mezcla contiene 75.5 % galio y 24.5 % indio, y para asegurarnos de que la mezcla tiene aproximadamente la misma estructura al solidificar, se hizo uso de lo observado en [34] respecto a la solidificación y se fijaron las condiciones de solidificación como sigue:

- Se enfrió el crisol de Ga-In a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante dos horas en un baño líquido de alcohol marca Fluke, modelo 7381.
- Posteriormente se incrementó la temperatura de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ en un lapso de 20 horas.

Una vez que el crisol de Ga-In se encontraba estable en $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ se procedió a la obtención de la meseta de fusión. Para la obtención de la meseta de transición de fase de sólido a líquido se utilizó el siguiente sistema:

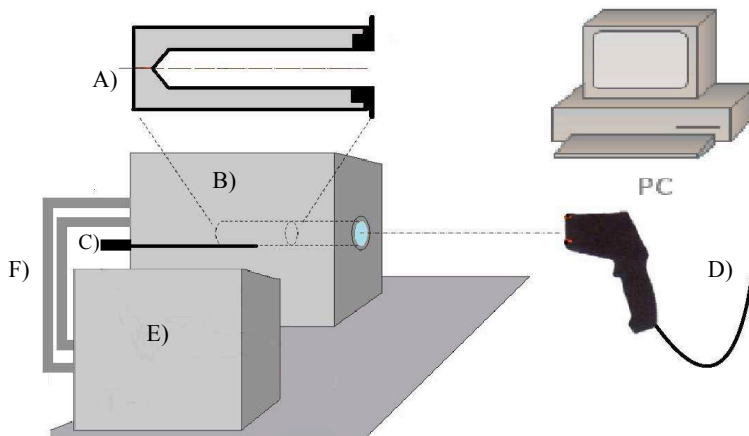


Figura 29. Esquema experimental: A) crisol que contiene a la cavidad de cuerpo negro del eutéctico Ga-In, B) horno MESTER, C) termómetro de contacto (sensor resistencia de platino), D) termómetro de radiación TRT-II, E) baño líquido marca HAAKE Q, F) sistema de mangueras que circulan el líquido enfriador, F) adquisición de datos (PC).

Como se observa en la Figura 29, el sistema se está compuesto por:

- A) Crisol que contiene a la cavidad de cuerpo negro del eutéctico Ga-In (Ver Figuras 22 y 25).
- B) Horno MESTER (ver Figura 12).
- C) Para monitorear la temperatura de la cavidad del horno, se usó un termómetro calibrado marca ASL, modelo F250 (ver Figura 30) con sensor resistencia de platino de 100 Ω (ver Figura 32), marca ISOTECH, modelo 935-14-95H.



Figura 30. Lector del termómetro F250.

- D) Termómetro de Radiación TRT-II (ver Figura 14).
- E) Para lograr la estabilidad en el horno se utilizó un equipo auxiliar, el baño líquido marca HAAKE Q, con una capacidad de 4 litros, cuyo líquido termométrico es agua destilada tipo 1 (ver figura 31).



Figura 31. Baño líquido HAAKE Q.

El baño líquido se conectó al horno por medio de un sistema de mangueras que circulan el líquido enfriador por el baño líquido hacia el interior del horno. Por

una manguera ingresa el líquido del baño líquido hacia el horno y por la otra se circula del horno hacia el baño líquido para ser regulado a la temperatura a la que se programó el baño líquido, el sistema de circulación dentro del horno está diseñado para que el enfriamiento de la celda sea por conducción.

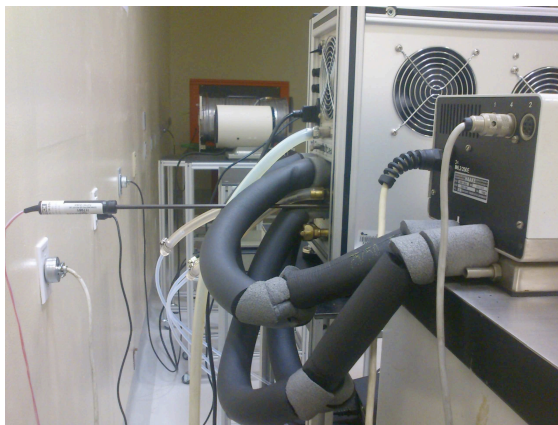


Figura 32. Conexión entre el horno MESTER 20.12 y el baño líquido HAAKE Q y sensor resistencia de platino 100 Ω .

F) Finalmente para la adquisición de datos del TR se utilizó una PC y el programa EasyTRT.

5.2. Procedimiento de obtención de la transición de fase sólido-líquido.

La transición de fase se llevó a cabo mediante el siguiente procedimiento:

1. Se fijó el TR frente a la cavidad del horno cuidando las siguientes características de alineación:

A. Punto focal al objetivo a 385 mm para una longitud de onda de entre 8- 14 μm , para un intervalo de temperatura de $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $300\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Figura 33. Alineación del termómetro de radiación.

- B. Centro del objetivo.** Para facilitar el enfoque se utilizó el señalador láser del TR. Se buscó que la luz láser auxiliar del TR, que sirve para ubicar el centro del objetivo, quedara en el centro de la apertura de la cavidad del horno.

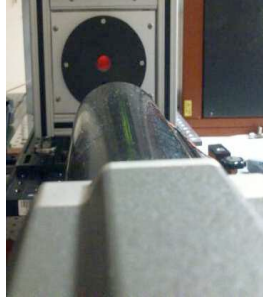


Figura 34. Enfoque del termómetro de radiación.

2. El horno se mantuvo en una temperatura de $14.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ y el baño líquido a $9.5\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Figura 35. Mediciones de temperatura de radiancia de la transición de fase del eutéctico Ga-In con el termómetro de radiación.

3. Cuando el crisol que contiene el Ga-In estuvo a una temperatura de $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ después de la solidificación de la mezcla, se instaló dentro de la cavidad del horno ya estable a $14.5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

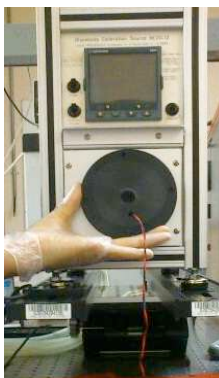


Figura 36. Colocación del crisol de Ga-In dentro de la cavidad del horno.

4. Una vez insertado el crisol en el horno, se programó a 15.7 °C y el baño líquido a 10.5 °C.
5. Para las mediciones y adquisición de datos durante la transición de fase, se utilizó el TR, el programa EasyTRT y un computador.

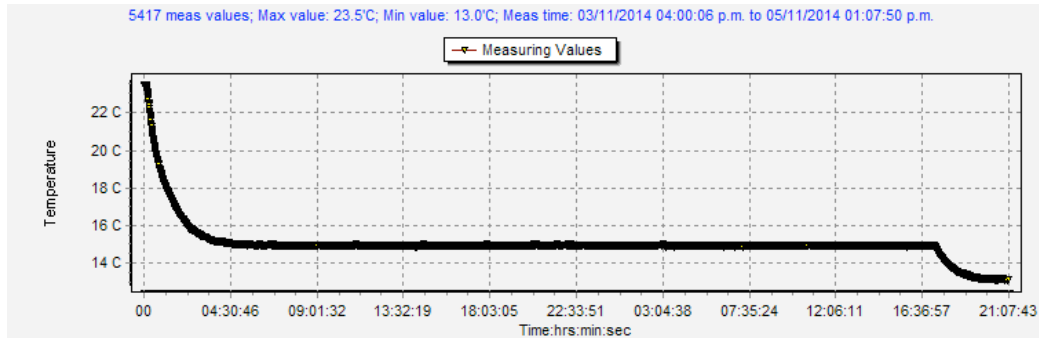


Figura 37. Ejemplo de adquisición de datos con el programa EasyTRT (Temperatura /° C vs. Tiempo /hrs:min:sec).

5.3. Gradientes de temperatura.

Durante la transición de fase sólido a líquido, se midieron los gradientes de temperatura en la apertura de la cavidad con una cámara termográfica A655-SC con detector no refrigerado y que trabaja en el intervalo de 7.5 a 13 μm .

El resultado de las mediciones de los detectores de la cámara, se presenta en la Figura 38.

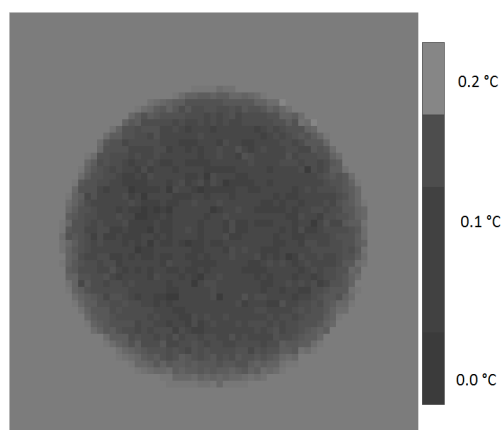


Figura 38. Imagen termográfica de la apertura de la cavidad de Ga-In.

La imagen no está corregida por no-homogeneidad de los detectores de la cámara termográfica. Una vez que se hace la corrección, la apertura no muestra gradientes de temperatura con un umbral de 50 mK.

5.4. Transición de fase sólido-líquido del Ga-In.

Por otro lado, la obtención de la transición de fase sólido-líquido del eutéctico Ga-In se realizó en dos ocasiones bajo los mismos parámetros de solidificación que se describieron al principio del capítulo. Se obtuvieron las mesetas que se observan en las Figuras 39 y 40.

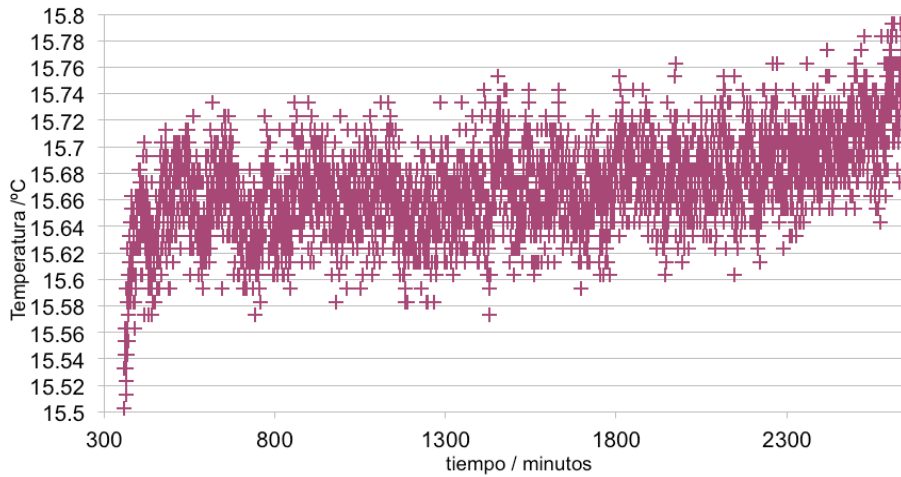


Figura 39. Primera transición de fase sólido-líquido del eutéctico Ga-In.

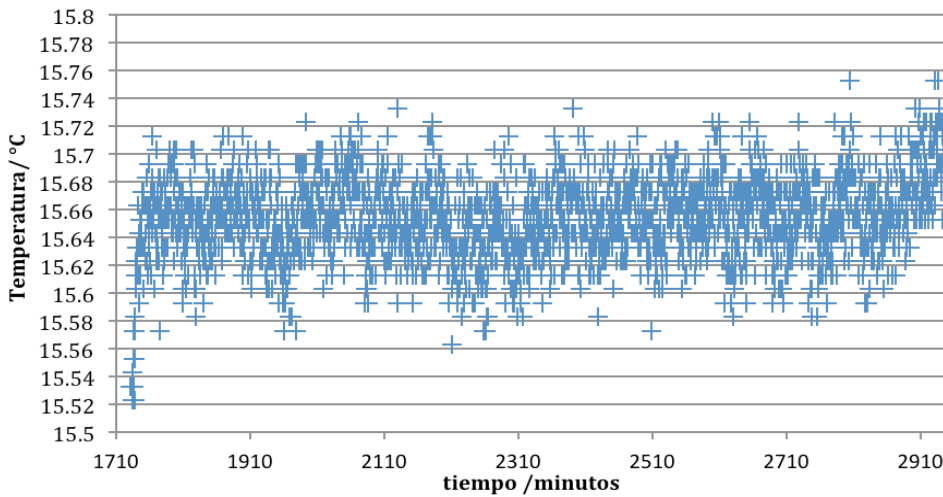


Figura 40. Segunda transición de fase sólido-líquido del eutéctico Ga-In.

Los valores resultantes de la temperatura de radiancia de la transición de fase se calcularon como en [1]:

Transición de fase sólido-líquido del eutéctico Ga-In.	Primera	Segunda
Temperatura de radiancia promedio / °C	15.666	15.648
Temperatura de radiancia máxima / °C	15.763	15.733
Diferencia entre las temperaturas de radiancia máxima y promedio	0.097	0.085

Tabla II. Temperatura de radiancia de la primera y segunda transiciones de fase sólido-líquido del eutéctico Ga-In.

5.5. Estimación de la incertidumbre asociada a la medición de la temperatura de radiancia de la transición de fase del Ga-In en la cavidad de cuerpo negro.

El cálculo de la incertidumbre asociada a la medición de la temperatura de radiancia de la transición de fase sólido-líquido de la cavidad de cuerpo negro del eutéctico Ga-In se realizó conforme lo establecido en [1]. Se consideran las siguientes variables de influencia:

1. Impurezas.
2. Identificación de la meseta.
3. Emisividad del cuerpo negro isotérmico.
4. Radiación reflejada del ambiente.
5. Efectos de pérdida de calor.

Se describen a continuación.

1. Impurezas.

Las impurezas en el material afectan a los puntos fijos, principalmente a las sustancias puras; en nuestro caso tenemos una mezcla de dos elementos, la cual lleva implícita una contaminación entre uno y otro de los componentes de la mezcla. Debido a que la mayor cantidad del material que contiene la mezcla es galio, y este tiene asociada una incertidumbre debida a impurezas de 0.75 mK, asociamos a la mezcla eutéctica un orden de magnitud mayor. Así, decimos que en nuestra mezcla la incertidumbre de temperatura debida a las impurezas tiene el valor de **$u_1 = 7.5 \text{ mK}$** .

2. Identificación de la meseta.

Siguiendo las indicaciones en [1], para el cálculo de la incertidumbre debida a la identificación de la meseta, se toma un promedio entre el 25% y el 75 % de la fracción sólida de la meseta de fusión en la gráfica, la diferencia entre éste valor promedio y el valor máximo contenido en dicha fracción de la meseta nos proporciona el valor de la incertidumbre, en nuestro caso es **$u_1 = 97 \text{ mK}$** para la primera transición de fase, **$u_2 = 85 \text{ mK}$** para la segunda.

El presente valor se considera un buen resultado para ser una mezcla, ya que la tolerancia en el caso de sustancias puras es de 100 mK, lo que señala una buena incertidumbre que coincide con lo establecido en [1].

3. Emisividad del cuerpo negro isotérmico.

Para esta variable de influencia se necesita realizar el cálculo de la siguiente manera. La incertidumbre en la emisividad efectiva de la cavidad aparece debida a un conocimiento incierto de la emisividad de las paredes, factores geométricos, e imperfecciones en el maquinado.

El valor de la emisividad efectiva de la cavidad es el valor calculado por el STEEP322.

Todos los siguientes factores contribuyen a la incertidumbre en la emisividad de la cavidad:

a) Emisividad intrínseca de la pared de la cavidad.

El valor de la emisividad del teflón que se utilizó en la fabricación de la cavidad fue determinado por el CENAM cuyo valor es $\epsilon=0.85$ con una incertidumbre asociada según [5] de $u(\epsilon) = 0.025$. El modelo para calcular la incertidumbre debida a la emisividad intrínseca se observa en la Tabla III.

b) Factores geométricos.

Existe incertidumbre en la determinación del valor de las dimensiones de la cavidad, de la longitud L, el diámetro de la apertura D, y el ángulo del cono θ .

En la Tabla III se muestra el modelo con el que se calcula la incertidumbre en cada uno de los casos, además del valor de cada una de las incertidumbres.

Descripción	Datos	Valores	Incertidumbres	Valor	Modelo	Fuente
Emisividad isotérmica de la cavidad obtenida numéricamente.	ϵ_{bb}	0.9992	$u_3(\epsilon_{bb})$	0.0004	$u(\epsilon_{bb}) = (u(\epsilon_{bb,w})^2 + u(\epsilon_{bb,L})^2 + u(\epsilon_{bb,d})^2 + u(\epsilon_{bb,\theta})^2)^{1/2}$	STEEP322
Emisividad del teflón.	ϵ	0.85	$u(\epsilon_{bb,w})$	0.03	$u(\epsilon_{bb,w}) \approx [(1-\epsilon_{bb})/(1-\epsilon)]u(\epsilon)$	CCT-WG5
Longitud de la cavidad	L /mm	117.1	$u(L)$	0.030	$u(\epsilon_{bb,L}) \approx (1-\epsilon_{bb})[2u(L)/L]$	VERNIER
Diámetro interno de la cavidad	D/mm	20	$u(d)$	0.03	$u(\epsilon_{bb,d}) \approx (1-\epsilon_{bb})[2u(d)/d]$	VERNIER
Ángulo de la cavidad	θ / grados	116	$u(\theta)$	1	$u(\epsilon_{bb,\theta}) \approx (1-\epsilon_{bb})\cot\theta u(\theta)$	BROCA

Tabla III. Presupuesto de incertidumbre de la emisividad de la cavidad.

Podemos observar de la Tabla anterior que el valor correspondiente a la incertidumbre de la emisividad de la cavidad es $u_3(\epsilon_{bb}) = 0.0004$.

Recordemos que la aportación $u_3(\epsilon_{bb})$ no tiene unidades. De acuerdo con [1] calculamos la aportación de la incertidumbre de la emisividad de la cavidad en términos de temperatura, lo que nos da como resultado $u_3 = 6 \text{ mK}$.

4. Radiación reflejada del ambiente.

Esta fuente de incertidumbre se refiere a la aportación de radiación que se tiene debida a que cuando se detecta la radiación proveniente de la cavidad, una pequeña parte de la señal del termómetro de radiación se debe a la radiación del ambiente que entra por la apertura de la cavidad y posteriormente emerge después de múltiples reflexiones. El valor de la incertidumbre es $u_4 = 8 \text{ mK}$, el cual se calculó como en [1].

5. Efectos de pérdida de calor.

Para poder estimar la incertidumbre debida a esta magnitud de influencia se realizó el siguiente experimento.

Se obtuvo la transición de fase sólido-líquido del Ga-In (como se describe al principio del presente capítulo) y se midió la temperatura de la meseta con el TR. Con los valores obtenidos de la temperatura de radiancia de la transición de fase se calculó el valor promedio de la temperatura de radiancia de fusión como en el punto 2 anterior, así se determinó el valor promedio de la temperatura de radiancia de la meseta.

Posteriormente se colocó un tapón en la apertura de la cavidad para evitar fuga de calor, se esperó a que el tapón lograra un equilibrio térmico con el interior de la cavidad y una vez sucedido se retiró.

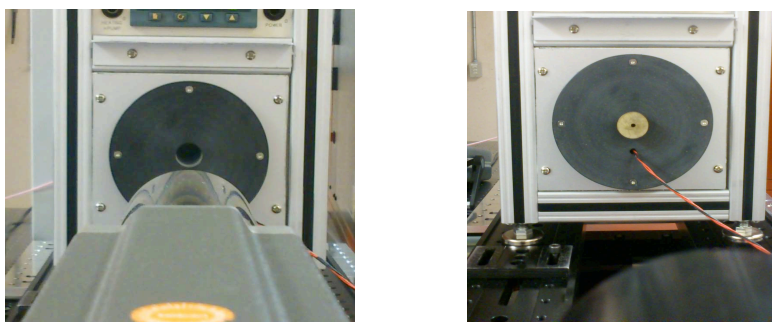


Figura 41. Determinación de la incertidumbre debida a efectos de pérdida de calor: mediciones con y sin tapón.

El TR midió la temperatura durante el proceso, en la siguiente gráfica se observa el comportamiento de la temperatura de radiancia de la apertura de la cavidad previo, durante y posterior al uso del tapón.

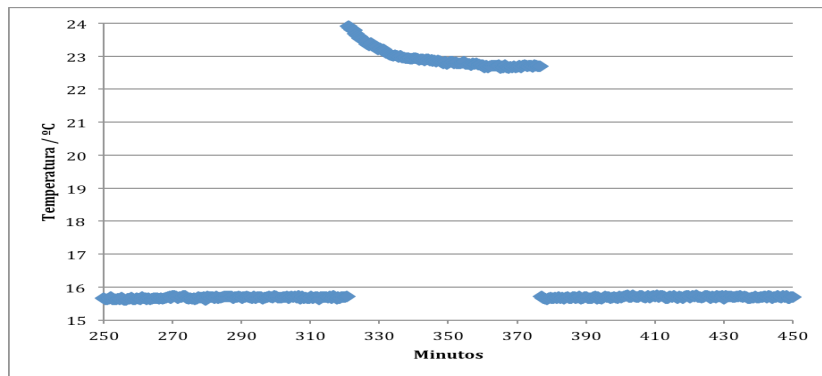


Figura 42. Mediciones para el cálculo de la incertidumbre debida a efectos de pérdida de calor.

Se observa en la gráfica que una vez que la temperatura de la superficie del tapón fue estable, se procedió a retirar el tapón midiendo continuamente la temperatura, se nota que una vez retirado el tapón el valor de la temperatura de la meseta de fusión sufre un cambio, es decir, la diferencia entre los valores de las temperaturas promedio de la meseta previa y posterior al tapón es de 5 mK.

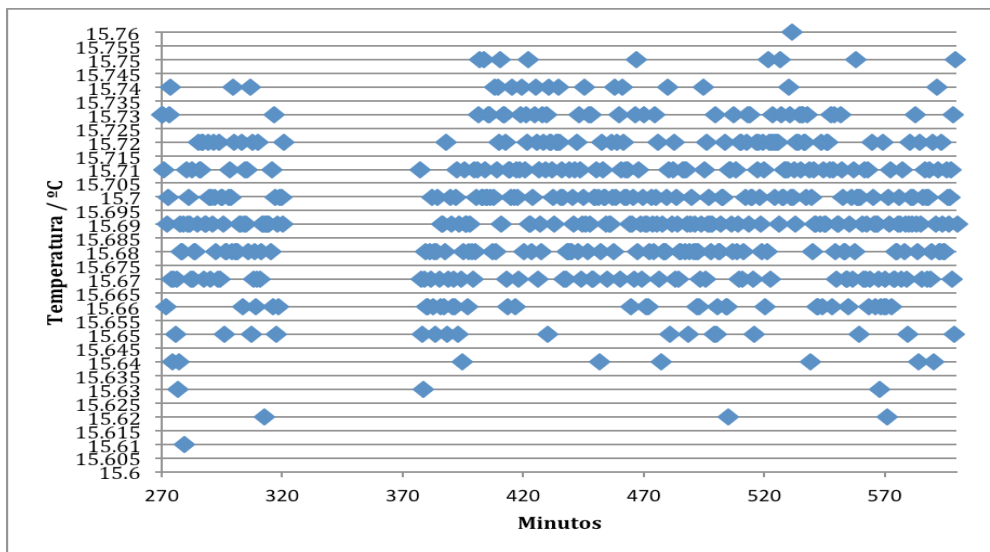


Figura 43. Estimación de $u_5 = 5\text{mK}$, valor de la incertidumbre debida a efectos de pérdida de calor.

Así, el valor de la incertidumbre debida a pérdidas de calor es $u_5 = 5\text{mK}$.

La incertidumbre expandida a la medición de la temperatura de fusión se calcula como en [30].

Variable de influencia	Primera transición de fase Incertidumbre / mK	Segunda transición de fase Incertidumbre / mK
Impurezas	7.5	7.5
Identificación de la meseta	97	85
Emisividad del cuerpo negro-isotérmico	6.0	6.0
Efectos de pérdida de calor	5	5
Radiación reflejada del ambiente	8	8
Incertidumbre expandida k=1	98	86

Tabla IV. Presupuesto de incertidumbre de la temperatura de radiancia del cuerpo negro de punto fijo de Ga-In.

La temperatura de fusión del Ga-In es de $T_1 = (15.666 \pm 0.097) \text{ }^\circ\text{C}$ para la primera transición de fase y $T_2 = (15.648 \pm 0.086) \text{ }^\circ\text{C}$ para el caso de la segunda.

Los valores de temperatura de radiancia de la transición de fase sólido-líquido del Ga-In coincide con los valores reportados en la literatura [37, 38], a continuación se muestra en la Tabla V una comparación.

Referencia	% galio	% indio	Temperatura eutéctica / $^\circ\text{C}$
[27] Ancsin	79.5	20.5	15.654
[38] Burdakin	75.6	24.4	15.655
[39] Svirbely	75.05	24.95	15.690
Primera transición de fase sólido-líquido	75.5	24.5	15.666
Segunda transición de fase sólido- líquido	75.5	24.5	15.648

Tabla V. Comparación de los valores obtenidos para la temperatura de radiancia de la transición de fase sólido-líquido del eutéctico del Ga-In con los reportados en la literatura.

CONCLUSIONES.

- Se diseñó y fabricó una cavidad de un cuerpo negro con un punto fijo de una mezcla eutéctica de Galio-Indio.
- Calculamos una aproximación gruesa del valor de la emisividad efectiva de la cavidad diseñada mediante una ecuación analítica.
- Se utilizó un método de simulación Monte Carlo para estimar la emisividad efectiva de la cavidad diseñada.
- Obtuvimos la transición de fase sólido-líquido del eutéctico Galio-Indio en dos ocasiones.
- Las temperatura de radiancia encontradas son consistentes con el resultado reportado en la literatura.
- Esta cavidad de punto fijo permite obtener un punto de fusión cercano a 16 °C, el cual está dentro del intervalo de 0 °C a 30 °C y cubre la necesidad de tener un punto de referencia que junto al punto triple del agua (0.01 °C) y al punto de fusión del galio (29.7646 °C) proporcionan la información necesaria para utilizar el método de Sakuma-Hattori para calibrar termómetros de radiación en el intervalo dado.
- Las mediciones realizadas con el termómetro de radiación de transferencia del CENAM, muestran que el cuerpo negro de punto fijo puede ser utilizado para propósitos de calibración o verificación.
- Los resultados reportados en esta tesis se incluyen en el artículo [1].
- Como trabajo a futuro, se planean mejorar los parámetros para la obtención de la meseta, su comportamiento en el tiempo. Además se buscará aplicar el mismo diseño de la cavidad de teflón para puntos fijos de sustancias puras como agua (punto triple 0.01 °C), Galio (fusión 29.764 °C), Indio (solidificación 156. 598 °C) y Mercurio (punto triple -38.834 °C) ya que los puntos fijos de dichas sustancias caen dentro del intervalo de uso del teflón (-240 °C a 260 °C).

REFERENCIAS.

- [1] P. Saunders et al., Uncertainty budgets for calibration of radiation thermometers below the silver point, *Int. J. Thermophys.*, **29**,1066-1083, 2008.
- [2] J. Fischer, et al., Uncertainty budgets for realization of scales by radiation thermometry, CCT document CCT/03-03, 2003.
- [3] H. Preston-Thomas, The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90), *Metrologia* **27**, 3-10, 1990.
- [4] R. A. Serway, C.J. Moses, C.A. Moyer, Física Moderna; Tercera Edición (Thomson Learning Inc., 2005).
- [5] <http://www.foro-minerales.com/forum/viewtopic.php?t=9955>
- [6] http://www.gusgsm.com/01_reflexion
- [7] E. Hecht, A. Zajac, Óptica; Tercera Edición (Addison Wesley, 1998).
- [8] M. Bass, V. N. Mahajan, E. Van Stryland, Handbook of optics, Volume II Design, fabrication, and testing; sources and detectors; radiometry and photometry; Third Edition, (Mc Graw Hill, 2010).
- [9] <http://physics.nist.gov/cuu/Constants/>.
- [10] <https://losmundosdebrana.wordpress.com/page/12/>
- [11] D.P. DeWitt, G.D. Nutter, R.E. Bedford, Theory and practice of radiation thermometry, (John Wiley and Sons Inc., New York, 1988).
- [12] Infrared thermometers 56x, Manual de uso, Fluke Corporation, 2010.
- [13] Vocabulario Internacional de Metrología - Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM) 2008, 1ª Edición en español.
- [14] http://www.engineeringarchives.com/les_matsci_eutecticbinaryphasediagram.html
- [15] V. M. Zalkin, On the theory of eutectic alloys and presentation of the theory in textbooks on physical metallurgy, *Metal Science and Heat Treatment*, **51** (No. 3-4), 153-159, 2009.
- [16] CCT-2, Techniques for approximating the international temperature scale of 1990.
- [17] F Sakuma, S Hattori, Establishing a practical temperature standard by using a narrow-band radiation thermometer with a silicon detector, in *Temperature: Its*

Measurement and Control in Science and Industry, **5**, 421- 427, edited by J F Schooley, (New York,1982).

[18] P. Saunders, General interpolation equations for the calibration of radiation thermometers, *Metrologia*, **34**, 201-210, 1997.

[19] T. J. Anderson, I. Ansara, The Ga-In (Gallium-Indium) system, *Journal of Phase Equilibria*, **12**, No. 1, 1991.

[20] <http://www.himikatus.ru/art/phase-diagr1/Ga-In.php>

[21] M. D. Dickey, R. C. Chiechi, R. J. Larsen, E. A. Weiss, D. A. Weitz, G. M. Whitesides, eutectic Gallium- Indium (EGaIn): a liquid metal alloy for the formation of stable structures in microchannels at room temperature, *Adv. Funct. Mater*, **18**, 1097-1104, 2008.

[22] B. C. Rugg, T. G. Chart, A critical assessment of thermodynamics and phase diagram data for the Gallium-Indium system, *CALPHAD*, **14**, No. 2, 115-123, 1990.

[23]http://www.iesseneca.net/revista/spip.php?page=imprimir_articulo&id_articulo=434

[24] W.W. Lozier, Development of graphite and graphite base multicomponent materials for high temperature service, WADD TR 59-789, April 1960.

[25] Manual blackbody calibration source ME20 series, June 2003.

[26] Manual del termómetro de radiación modelo TRT-II, marca HEITRONICS, Transfer radiation pyrometer TRT II.

[27] Y. Duan, Z. Yuan, J. Wu, A new approximate calculation of the effective emissivity of an isothermal blackbody cavity, *TEMPMEKO*, 253-258, 2001.

[28] J. Robert Mahan, Radiation heat transfer: A statistical approach; Chapter 8, (Kindle Edition).

[29] F. P. Incropera, D.P. DeWitt, G.D., Fundamentos de transferencia de calor 4ª ed.; Capítulo 13, (PRENTICE HALL, México 1999)

[30] Guide to the expression of uncertainty in measurement, Geneva, International Organization for Standardization, 1993.

[31] T.J. Quinn, *Infrared Physics*, **21**, 123-126, 1981.

[32] E.M. Sparrow et al., Radiation heat transfer, 164 (McGraw-Hill, New York 1978).

- [33] STEEP322 Version 1.2 Manual, 2011 Virial International, LLC, Geithersburd, MD.
- [34] X. Zhao, X. Bian, Y. Bai, X. Li, Structure and fragility of supercooled Ga-In metals, *Journal of Applied Physics* **111**,103514, 2012.
- [35] J. Ancsin, Behavior of eutectic melting curves, *Memorias Simposio de Metrología (CENAM)*, 2006.
- [36] J. Ancsin, Manipulating the melting behavior of metal- metal eutectics, *Metrologia*, *Int. J. Thermophys*, **29**, 181-189, 2008.
- [37] J. Ancsin, About the reproducibility of the “melting” and “freezing” Points of binary eutectics, *Metrologia* **27**, 89-93, 1990.
- [38] A. Burdakin, et al., Development of gallium and gallium-based small-size eutectic melting fixed points for calibration procedures on autonomous platforms, *Int. J. Thermophys* **30**, 20-35, 2009.
- [39] W. J. Svirbely, S. M. Selis, The gallium-indium system, *J. Phys. Chem.*, **58**, 33-35, 1954.
- [40] V. Sastre-Muñoz y D. Cárdenas-García, Eutectic Ga-In melting-point blackbody cavity for radiation thermometry, enviado a la RMF.