



Universidad
del País Vasco

Euskal Herriko
Unibertsitatea



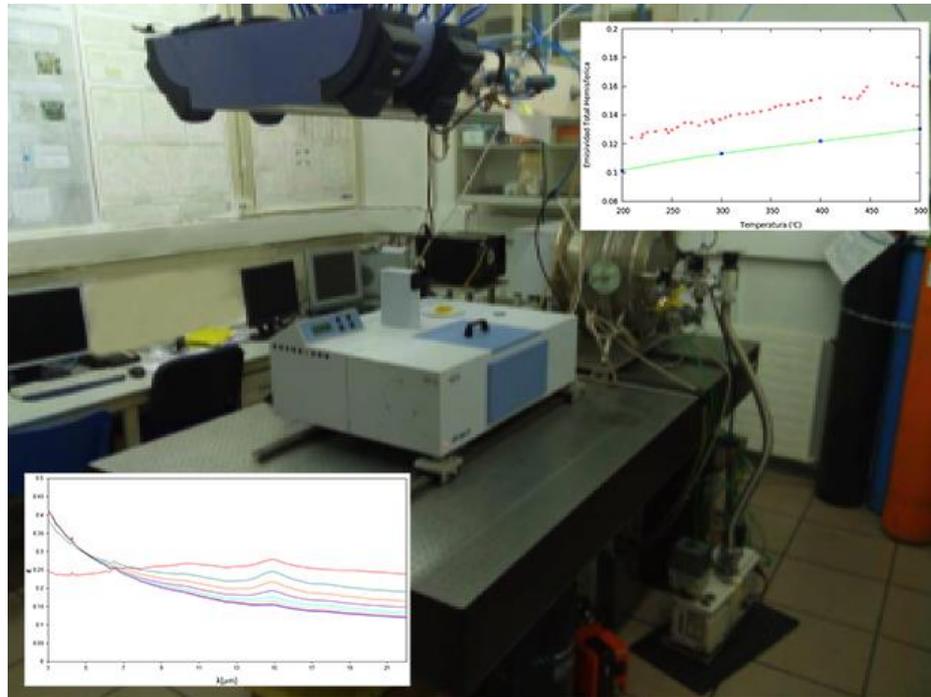
ZTF-FCT

Zientzia eta Teknologia Fakultatea
Facultad de Ciencia y Tecnología

Gradu Amaierako Lana / Trabajo Fin de Grado

Fisikako Gradua / Grado en Física

Estudio de emisividad infrarroja de aceros para aplicación en reactores de fusión



Egilea/Autor:

Josu Fernández Pereda

Zuzendaria/Director/a:

Gabriel Alejandro Lopez

KoZuzendaria/CoDirector/a:

Raquel Fuente Dacal

Índice general

| | |
|---|-----------|
| Introducción y objetivos..... | 3 |
| 1.1. Estado del arte | 3 |
| 1.2. Objetivos | 4 |
| 1.3. Fundamento teórico..... | 4 |
| 1.3.1 Fundamentos de la radiación térmica..... | 5 |
| 1.3.2. Emisividad total hemisférica | 6 |
| 1.3.3. Relación entre emisividad y propiedades eléctricas | 8 |
| Desarrollo..... | 9 |
| 2. Método experimental | 9 |
| 2.1. Aparato de medida..... | 9 |
| 2.2. Método radiométrico y método calorimétrico | 12 |
| 2.3. Método <i>blacksur</i> y cálculo de errores..... | 13 |
| 2.4. Medida de temperatura | 15 |
| 3. Resultados..... | 17 |
| 3.1. Medidas AISI 304..... | 17 |
| 3.1.1. Comparación con la teoría y con otros autores | 22 |
| 3.2. Medidas Eurofer 97 | 23 |
| 3.3. Comparación emisividad total hemisférica con otros autores | 28 |
| Conclusiones..... | 31 |
| Bibliografía | 33 |

Introducción y objetivos

1.1. Estado del arte

La emisividad es un parámetro necesario en multitud de aplicaciones, tanto científicas como tecnológicas. Por ejemplo; determinación de constantes ópticas o dieléctricas, pirometría, cálculos de transporte térmico por radiación, aeronáutica, industria, etc.

De acuerdo a todas estas aplicaciones no es de extrañar que numerosos grupos científicos estén actualmente involucrados en estudios de emisividad de diferentes materiales en función de sus características superficiales, temperaturas de operación, oxidación, etc. Para hacernos una idea de todos los ámbitos que llega a englobar mencionamos las siguientes publicaciones; emisividad de aceros inoxidable a bajas temperaturas (0-70 °C) para equipamiento de plantas lecheras [1], revestimientos selectivos (150-600 °C) en sistemas de energía solar [2] y estudio de emisividad del AISI 304 a altas temperaturas (800-1100 °C) en estado de oxidación [3].

El primer material de nuestro estudio es el acero inoxidable AISI 304, que es un acero inoxidable austenítico con altos contenidos de Cromo (entre 18-20%) y Niquel (entre 8-10.5%), y otros elementos en menor proporción; Carbono, Manganeso, Silicio y Azufre.

El acero inoxidable AISI 304 es actualmente uno de los aceros más utilizados mundialmente debido a sus excelentes propiedades; elevada resistencia a la corrosión, soporta altas temperaturas sin degradarse, buena resistencia mecánica a la tensión y a la deformación, y un excelente rendimiento en su procesado. La producción anual de AISI 304 se ha incrementado muy notablemente en la última década y actualmente supera las $30 \cdot 10^6$ T anuales.

La otra muestra que estudiaremos tiene gran importancia en el campo de la tecnología nuclear. En este campo los materiales estructurales son de especial relevancia, ya que de ellos depende la integridad estructural del reactor. Hoy en día se sabe que la irradiación causa una degradación de las propiedades de los materiales ya sean físicas, ópticas o mecánicas. Desde el punto de vista de la fusión nuclear por confinamiento magnético, y más en concreto de los materiales estructurales que formarán parte del futuro reactor de fusión, se sabe que van a estar sometidos a un ambiente muy severo: rango de temperaturas entre 250-550 °C y sobre todo a la presencia de la irradiación neutrónica durante su vida en servicio. Dentro de la familia de las aleaciones candidatas para ser materiales estructurales se encuentran los aceros ferríticos martensíticos de activación reducida (RAFM), dentro de los cuales se encuentra el Eurofer 97 que estudiaremos en este trabajo.

1.2. Objetivos del trabajo

En el presente trabajo se ha llevado a cabo una investigación experimental de la emisividad para algunas muestras representativas de aceros mediante un radiómetro infrarrojo de alta precisión en el rango de longitudes de onda comprendidas entre 1.43 y 25 μm . Las medidas se tomaron para ángulos entre 10° y 80° con respecto a la dirección normal de medida, con incrementos de 10° .

La escasez de estudios en los que aparezcan bien definidas las condiciones experimentales de la medida de la emisividad espectral en función de la temperatura de operación de los aceros AISI 304 y, en especial, Eurofer 97 ha motivado este trabajo. Entre otros aspectos, se estudian las dependencias con la temperatura, la longitud de onda y el ángulo de la emisividad. Además, se analizan las curvas de emisividad dentro de la aproximación clásica dada por la ecuación de Hagen-Rubens y por los estudios realizados por otros autores. Por último, se hace un cálculo de la emisividad normal y hemisférica total y se observa su dependencia con la temperatura.

Los objetivos principales de este trabajo quedan resumidos en los siguientes puntos:

- Familiarización con el método experimental de medida del radiómetro infrarrojo de alta precisión utilizado.
- Medida e interpretación de la emisividad espectral direccional obtenida de dos muestras de acero en estado de recepción.
- Análisis e interpretación entre nuestros resultados y aquellos obtenidos por otros autores tanto para emisividad espectral direccional como para emisividad hemisférica total.

1.3. Fundamento teórico

La teoría electromagnética predice unas propiedades emisivas dependientes de la longitud de onda, de la temperatura y del ángulo de emisión [4].

Partiendo de las ecuaciones de Maxwell es posible hallar el valor de la emisividad del material. Se puede obtener la emisividad espectral, direccional, hemisférica o total en función del índice de refracción y del coeficiente de extinción. Por lo tanto, mediante la emisividad podemos obtener información de las propiedades ópticas del material en estudio, o al revés, podemos hallar la emisividad mediante las propiedades ópticas del material.

La mayoría de los materiales que se utilizan no presentan las características ideales de esta teoría, es decir, no se cumple que la rugosidad sea muy pequeña respecto de la longitud de onda, las superficies no están completamente limpias o libres de impurezas, presentan oxidación y la radiación incidente no se refleja de forma especular. La emisividad depende fuertemente de estos factores, por lo tanto, habrá diferencias entre los resultados reales de emisividad obtenidos y los datos teóricos ideales.

1.3.1. Fundamentos de la radiación térmica

La transferencia de calor se produce siempre que existe un gradiente térmico o cuando dos sistemas con diferentes temperaturas se ponen en contacto. En general, se conocen tres tipos distintos de transferencia de calor: convección, conducción y radiación.

El estudio teórico y experimental de la radiación térmica es uno de los pilares fundamentales para numerosas aplicaciones tecnológicas: medición de temperaturas por pirometría, aeronáutica, materiales utilizados en energía solar, recubrimientos térmicos y en general en cualquier sistema en el cual existan transferencias de calor.

La ley fundamental que describe la radiación térmica es la ley de Planck [5], y en la siguiente ecuación se muestra la distribución espectral de potencia dada por Planck:

$$E_{\lambda b}(\lambda, T) = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5 \left[\exp\left(\frac{hc}{\lambda k_B T}\right) - 1 \right]} \quad (1.1)$$

donde h es la constante de Planck, c la velocidad de la luz en el vacío, k_B la constante de Boltzmann, λ la longitud de onda y T la temperatura.

La ley de Planck es uno de los mayores avances en la historia de la física, y dio pie al desarrollo de la mecánica cuántica, base fundamental de la ciencia y la tecnología de los dos últimos siglos. También es el punto de partida para el estudio de la radiación térmica de la materia. Esta ley describe la cantidad de energía emitida por un cuerpo negro a una cierta longitud de onda. Sin embargo, los materiales reales no se comportan como un cuerpo negro perfecto, debido a ello se define la emisividad con el objetivo de describir su comportamiento radiativo.

La emisividad se define como el cociente entre la energía emitida y la correspondiente a un cuerpo negro a la misma temperatura y longitud de onda [4]:

$$\varepsilon(\lambda, T, \theta) = \frac{E_{\lambda}(\lambda, T, \theta)}{E_{\lambda b}(\lambda, T)} \quad (1.2)$$

La dependencia con la variable polar θ se debe a que los materiales reales, al contrario que los cuerpos negros, no emiten de forma isótropa [5].

También existen otras formas de descripción del comportamiento radiativo de los materiales reales. La absorptividad (α) se define como el cociente entre la radiación absorbida por un cuerpo y el total de energía incidente [4].

$$\alpha(\lambda, T, \theta) = \frac{E_{abs}(\lambda, T, \theta)}{E_i(\lambda, T)} \quad (1.3)$$

En equilibrio térmico con un cuerpo negro, un elemento de área debe emitir tanta radiación como recibe. En concreto, las energías emitida y absorbida serán:

$$\begin{aligned} dE_{em} &= \varepsilon(\lambda, T_1, \theta) E_{\lambda b}(\lambda, T_1) dA \cos(\theta) d\lambda d\Omega \\ dE_{abs} &= \alpha(\lambda, T_2, \theta) E_{\lambda b}(\lambda, T_2) dA \cos(\theta) d\lambda d\Omega \end{aligned} \quad (1.4)$$

donde $d\Omega$ es el diferencial de ángulo sólido y el factor $\cos(\theta)$ se debe a que el área que emite es la proyección sobre la dirección normal, y no el área total (ley del coseno de Lambert) [4].

Al estar ambos cuerpos en equilibrio térmico ($T_1 = T_2$) llegamos a obtener la primera ley de Kirchoff que relaciona las propiedades radiativas (ε) y ópticas (α) [4,5].

$$\alpha(\lambda, T, \theta) = \varepsilon(\lambda, T, \theta) \quad (1.5)$$

La reflectividad (ρ) es el cociente entre la radiación reflejada de una dirección a otra con respecto al total de energía incidente en una dirección inicial [4].

$$\rho(\lambda, T, \theta_i, \theta_f) = \frac{E_{ref}(\lambda, T, \theta_f)}{E_i(\lambda, T, \theta_i)} \quad (1.6)$$

Mediante la ley de conservación de la energía relacionamos la absorptividad con la reflectividad. Finalmente, obtenemos la segunda ley de Kirchoff que estipula que la suma de la absorptividad y la reflectividad integrada sobre todas las direcciones finales ha de ser igual a uno.

$$\rho(\lambda, T, \theta) + \alpha(\lambda, T, \theta) = 1 \quad (1.7)$$

Todas las magnitudes definidas con anterioridad son cantidades espectrales y direccionales. No obstante, las propiedades radiativas globales del sistema sin tener en cuenta las dependencias angulares o con la longitud de onda son igualmente importantes. Se denominan hemisféricas si integramos sobre todo el ángulo sólido y se denominan totales si integramos sobre todas las longitudes de onda.

La emisividad total (ε) es de suma importancia en cálculos de transmisión de calor, puesto que aparece de forma explícita en la ecuación de Stefan Boltzmann [4]:

$$E(T) = \varepsilon(T)\sigma T^4 \quad (1.8)$$

Esta ecuación relaciona la energía total emitida en función de la temperatura, donde σ es la constante de Stefan Boltzmann y $E(T)$ es el flujo total de energía emitida por la superficie.

Esta dependencia con la temperatura T^4 explica porque la radiación es el modo dominante de transmisión de calor a alta temperatura. Cabe destacar que se trata del único modo de transmisión de calor que no requiere de un medio material para que se produzca.

1.3.2. Emisividad total hemisférica

La emisividad direccional espectral (ε_λ) es el cociente de la emisividad real de la superficie respecto de la de cuerpo negro. Incluye dependencias con la longitud de onda, la dirección y la temperatura superficial [4].

$$\varepsilon_{\lambda}(\lambda, \theta, \varphi, T) = \frac{i_{\lambda}(\lambda, \theta, \varphi, T)}{i_{\lambda b}(\lambda, T)} \quad (1.9)$$

donde i_{λ} es la intensidad espectral correspondiente a una longitud de onda.

Integrando la radiación a todas las longitudes de onda (λ) obtenemos la emisividad total direccional que viene dada por la siguiente ecuación [4]:

$$\varepsilon_T(\theta, \varphi, T) = \frac{\pi \int_0^{\infty} \varepsilon_{\lambda}(\lambda, \theta, \varphi, T) i_{\lambda b}(\lambda, T) d\lambda}{\sigma T^4} \quad (1.10)$$

Se ha elegido un rango de integración entre 0.14 μm y 100 μm debido a que, a las temperaturas a las que trabajamos, casi la totalidad de la radiación emitida ($\sim 98\%$) se encuentra en ese rango de longitudes de onda. Sin embargo, debido a nuestro aparato de medida, sólo disponemos de información de la emisividad para longitudes de onda comprendidas entre 1.43 μm y 25 μm , siendo necesario extrapolar para el resto de longitudes de onda.

A la hora de extrapolar, tenemos que tener en cuenta que para los metales la emisividad decrece monótonamente con el aumento de la longitud de onda. Se realizarán dos aproximaciones, sobreestimada y subestimada, y se hallará su media.

Si sobreestimamos la curva; a longitudes de onda corta al valor máximo de la emisividad le damos un valor uno, mientras que a longitudes de onda largas el último valor de emisividad medible hacemos que no decrezca, manteniéndolo constante.

Si subestimamos la curva, a longitudes de onda corta mantenemos constante el primer valor de emisividad medible y a longitudes de onda larga se da un valor cero.

La emisividad normal total aumenta linealmente con la temperatura. Esto se debe a que la emisividad aumenta con la temperatura y al cambio del máximo de la función de Planck hacia longitudes de onda más cortas a medida que aumentamos la temperatura (Ley de desplazamiento de Wien) [4].

A partir de la emisividad direccional espectral e integrando a todas las direcciones se obtiene la siguiente ecuación para la emisividad espectral hemisférica [4]:

$$\varepsilon_{\lambda}(\lambda, T) = \frac{1}{\pi} \int_{\varphi=0}^{2\pi} \int_{\theta=0}^{\pi/2} \varepsilon_{\lambda}(\lambda, \theta, \varphi, T) \cos(\theta) \sin(\theta) d\theta d\varphi \quad (1.11)$$

Integrando a todas las longitudes de onda (λ) y direcciones (θ, φ) obtenemos la emisividad hemisférica total (ε_h) que viene dada por la siguiente ecuación [4]:

$$\varepsilon_h(T) = \frac{1}{\pi} \int_{\varphi=0}^{2\pi} \int_{\theta=0}^{\pi/2} \varepsilon_T(\theta, \varphi, T) \cos(\theta) \sin(\theta) d\theta d\varphi \quad (1.12)$$

1.3.3. Relación entre emisividad y propiedades eléctricas

Las soluciones de onda de las ecuaciones de Maxwell en la superficie de los materiales nos permiten hallar el índice de refracción (n) y el coeficiente de extinción (k) a partir de las propiedades magnéticas y eléctricas de un material [4].

La emisividad normal (para $\theta=0^\circ$) viene determinada por la ecuación de Fresnel:

$$\varepsilon_n = \frac{4n}{(n+1)^2 + k^2} \quad (1.13)$$

Es interesante mencionar las propiedades emisivas en general de los materiales dieléctricos, aunque únicamente se realicen en este trabajo medidas con aceros (metales). Estos presentan una emisividad constante hasta un ángulo de aproximadamente 70° y luego decrece paulatinamente hasta anularse para un ángulo de 90° . A medida que el índice de refracción aumenta la emisividad disminuye y nos alejamos del comportamiento ideal de cuerpo negro. Los materiales dieléctricos no presentan una fuerte dependencia con la longitud de onda o con la temperatura [4].

Para los metales la emisividad es prácticamente constante en un rango de 50° respecto de la dirección normal, para ángulos mayores empieza a crecer hasta alcanzar un máximo cercano a 90° y finalmente se anula para un ángulo de 90° . La emisividad disminuye a medida que aumenta el índice de refracción y el coeficiente de extinción.

Para metales a longitudes de onda superiores a $5 \mu\text{m}$ las soluciones de onda a las ecuaciones de Maxwell se reducen a la siguiente ecuación [4]:

$$n = k = \sqrt{\frac{\lambda_0 c_0 \mu_0}{4\pi r_e}} = \sqrt{\frac{0.003\lambda_0}{r_e}} \quad (1.14)$$

donde r_e es la resistividad eléctrica del material en ohm-cm.

Con la condición $n = k$ la emisividad normal se reduce a la siguiente expresión:

$$\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda) = 1 - r_{e,\lambda,n}(\lambda) = \frac{4n}{2n^2 + 2n + 1} \quad (1.15)$$

Sustituimos (1.14) en (1.15) y expandimos en series, teniendo en cuenta que el índice de refracción de los metales es grande para $\lambda > 5 \mu\text{m}$. Gracias a esto, podemos quedarnos únicamente con los dos primeros términos de la serie, obteniendo finalmente la relación de emisividad de Hagen-Rubens [4]:

$$\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T) = 36.5 \left(\frac{r_e(\lambda, T)}{\lambda} \right)^{1/2} - 464 \frac{r_e(\lambda, T)}{\lambda} \quad (1.16)$$

Hay que tener en cuenta que las aproximaciones que se realizan para obtener esta ecuación, en cuanto al índice de refracción y al coeficiente de extinción, pueden incurrir en un error considerable y podemos llegar a un resultado poco relevante.

DESARROLLO

2. Método experimental

2.1. Aparato de medida

El dispositivo utilizado para las medidas experimentales realizadas en este trabajo es un radiómetro infrarrojo de alta precisión (figura 1). Este consta principalmente de cuatro partes; un cuerpo negro, una cámara con un portamuestras conectado a un motor externo a la cámara que nos permite rotar la muestra, un sistema de detección basado en un espectrómetro FTIR (Fourier Transform Infrared Radiometer) y una entrada óptica (figura 2) que se encarga de guiar la radiación de la muestra y del cuerpo negro hacia el espectrómetro [6].



Figura 1: Imagen del dispositivo experimental utilizado para las medidas de emisividad espectral direccional, situado en el laboratorio de radiometría infrarroja, UPV/EHU.

El equipo permite realizar medidas precisas de propiedades radiativas, bajo una atmósfera controlada, en función de la longitud de onda, la temperatura y el ángulo de emisión.

Tanto el portamuestras como el cuerpo negro están separados del sistema de guiado por unas ventanas de KBr, permitiendo la transmisión de prácticamente el 100 % de la radiación en el rango comprendido entre 0.23 y 25.0 μm . El detector utilizado tiene un rango de funcionamiento de 1.28 a 27 μm .

Teniendo en cuenta todo esto, obtenemos un rango de medida de nuestro aparato entre 1.28 y 25 μm , aunque realmente el rango efectivo será menor debido a que tenemos mayor error en los extremos de medida [7]. Aplicando la ecuación de Planck (1.1) a un rango de temperaturas entre 500 K y 1500 K obtenemos que prácticamente la totalidad de la radiación térmica se encuentra en este rango de longitudes de onda.

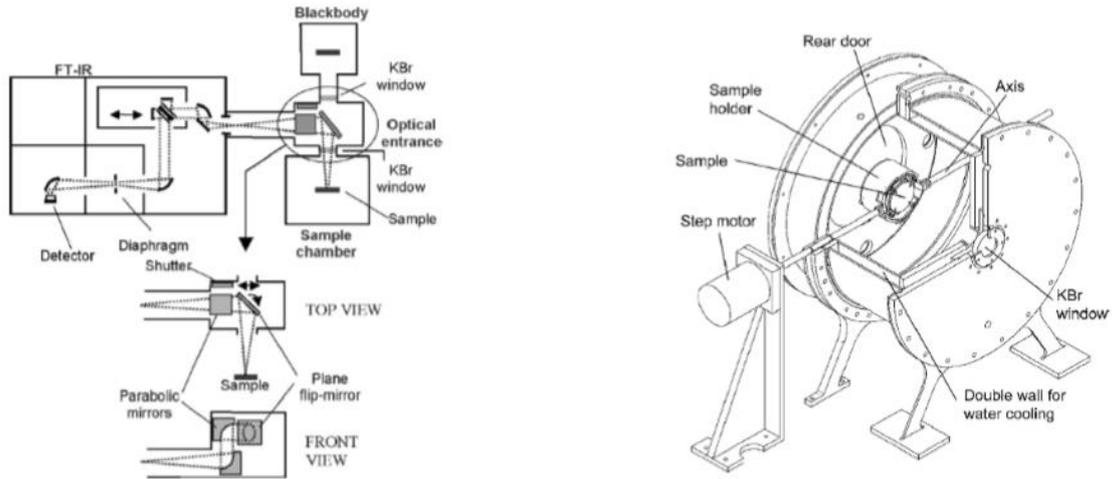


Figura 2: Esquema del radiómetro y de la cámara del portamuestras utilizados.

La entrada óptica contiene dos espejos parabólicos que permiten cambiar el plano de radiación para que así entre paralelo al interferómetro de Michelson y un espejo plano que gira 90° por medio de un motor controlado desde el ordenador y que permite seleccionar la radiación de la muestra o del cuerpo negro. Tanto la entrada óptica como el sistema de detección están conectados por un tubo de vacío evitando así absorciones de radiación por agua (H_2O) y dióxido de carbono (CO_2) en el camino óptico desde la muestra o desde el cuerpo negro hasta el detector. Como el cuerpo negro no permite trabajar en vacío y con el objetivo de evitar la mayor parte de estas absorciones se realiza una purga mediante un gas inerte (en nuestro caso, Ar).

La cámara de la muestra es cilíndrica de acero inoxidable pintada de negro (*Nextel 811-21*) y está conectada a una bomba turbomolecular de vacío, posibilitándonos así controlar la atmósfera de medida mediante la introducción del gas deseado en la cámara. Mediante esta bomba se consiguen alcanzar valores de vacío de $1 \cdot 10^{-4}$ mbar. Las paredes internas de la cámara de vacío emiten y reflejan radiación infrarroja, la cámara está refrigerada y pintada en negro con el objetivo de minimizar dicha radiación de fondo.

El portamuestras tiene un eje de acero que permite cambiar el ángulo polar de emisión, pudiendo así analizar la dependencia direccional de la emisividad de la muestra. Debido a las dimensiones del portamuestras, el tamaño máximo de las muestras que pueden ser colocadas es de 6 cm^2 .

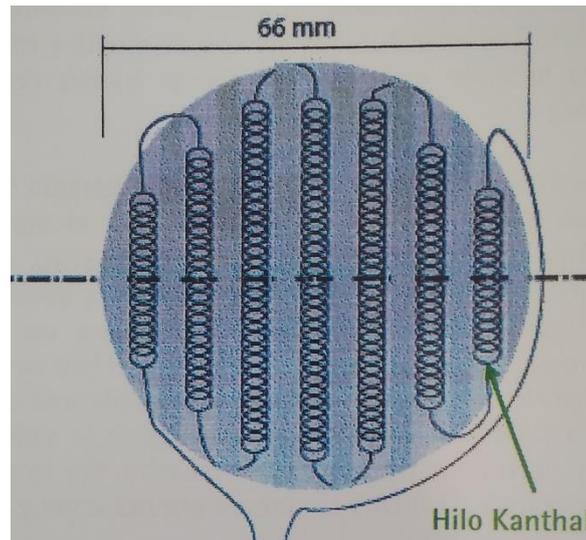


Figura 3: Esquema del calefactor, donde puede apreciarse el soporte de alúmina.

El sistema utilizado presenta un ángulo máximo de medida que viene determinado por el área de la muestra utilizada. A medida que aumentamos el ángulo de inclinación, a pesar de que el área proyectada se mantiene constante, el área real observada por el detector se convierte en una elipse. Esto implica que dependiendo de las dimensiones de la muestra y del área proyectada existirá un ángulo para el cual el portamuestras comience a ser visible, este hecho sucede para ángulos de emisión superiores a 80° .

A altas temperaturas, como la radiación emitida por la muestra es mayor, se puede reducir el área proyectada y con ello conseguimos aumentar el ángulo máximo de medida.

Para calentar la muestra se ha empleado un hilo de Kanthal R enrollado en forma de espiral dentro de una placa de alúmina (figura 3). Cabe destacar que el hilo se encuentra ligeramente hundido en el soporte de la alúmina dejando unos milímetros de distancia entre el hilo y la superficie de la placa, que es donde se coloca la muestra. De esta forma se evitan contactos eléctricos entre el hilo y la muestra. El calentamiento se produce por radiación del hilo incandescente, con lo que funciona tanto en vacío como en una atmósfera de gas.

Cuando trabajamos en vacío, la muestra sólo se calienta por radiación, generándose un gradiente axial de temperatura considerable entre el calefactor y la muestra. Sin embargo, cuando introducimos una atmósfera en la cámara, conseguimos reducir bastante el gradiente gracias a la convección.

Las medidas de emisividad realizadas con atmósfera, como se pudo comprobar experimentalmente, son más sencillas debido a que se consigue una mayor estabilización de la temperatura y los procesos de calentamiento son más rápidos.

Hay que tener en cuenta que el detector emite radiación que recorre el camino óptico contrario al de la muestra, pudiendo reflejarse en ella y volver nuevamente al detector. Como en nuestras medidas hemos utilizado un ángulo de inclinación mayor de diez

grados la radiación del detector y la que se refleja en la ventana de KBr se irán a las paredes de la cámara. Al mismo tiempo la radiación emitida por la cámara se reflejará en la muestra y será detectada.

También hay que tener en cuenta la radiación de la muestra que es reflejada en la ventana de KBr, vuelve a la muestra y es reflejada nuevamente, siendo detectada por el FTIR.

Todas estas consideraciones se tienen en cuenta de cara al método de constitución.

2.2. Método radiométrico y método calorimétrico

Podemos calcular la emisividad mediante dos métodos, por un lado el método calorimétrico y por otro el método radiométrico [6].

El método calorimétrico se basa en medir la potencia necesaria para mantener la muestra a temperatura constante. Para que la transferencia de calor sea únicamente debida a la radiación se coloca la muestra en vacío, y a partir de la potencia suministrada con objetivo de compensar la pérdida de potencia por radiación, se halla la emisividad de la muestra utilizando las leyes de Kirchhoff (apartado 1.3.1 de este trabajo).

El método radiométrico se basa en un sistema óptico y en un detector de radiación. Este método a su vez puede ser directo o indirecto:

Para el método directo, la emisividad se calcula mediante comparación entre la radiación emitida por la muestra y el cuerpo negro en las mismas condiciones espectrales, de temperatura, etc.

Para el método indirecto, se mide la reflectividad y la transmitancia de la muestra y se calcula la emisividad utilizando las leyes de Kirchhoff. Sin embargo, este método no es viable para hallar la emisividad en rangos de temperatura altos debido a la dificultad en separar la radiación reflejada y transmitida de la radiación que emite la propia muestra.

Para nuestros cálculos, teniendo en cuenta el rango de temperaturas en el que trabajamos y el aparato de medida, hemos utilizado un método radiométrico directo, en concreto el método *blacksur*. La razón de utilizar este método reside en que un análisis comparativo de las fuentes de error para distintos métodos de medida demostró que el método *blacksur* era el más preciso de todos ellos [8].

2.3. Método *blacksur* y cálculo de errores

Este método no tiene únicamente en cuenta la radiación de la muestra, sino que también asume que los alrededores de la muestra (cámara) emiten como un cuerpo negro a esa temperatura, siendo reflejada en la muestra [8].

La señal de la muestra que mide el detector viene determinada por la siguiente ecuación:

$$S_s(\lambda, T_s) = R(\lambda)[\varepsilon(\lambda, T_s)L_b(\lambda, T_s) + \varepsilon_{sur} \rho(\lambda, T_s)L_b(\lambda, T_{sur}) + S_0(\lambda)] \quad (2.1)$$

donde $R(\lambda)$ es la función respuesta, $S_0(\lambda)$ es la radiación de fondo, T_s la temperatura de la muestra, T_{sur} la temperatura de la cámara y L_b es la ecuación de Planck de la señal del cuerpo negro a una longitud de onda.

En nuestro instrumento de medida son necesarias la temperatura del obturador y del cuerpo negro para hallar la función respuesta $R(\lambda)$ y la radiación de fondo $S_0(\lambda)$.

La emisividad de la cámara (ε_{sur}) se ha considerado independiente de la longitud de onda y de la temperatura. Al haber considerado ε_{sur} aproximadamente la unidad, la radiación emitida por la muestra que es reflejada por la cámara y vuelve a ser reflejada por la muestra se puede obviar de la ecuación anterior [8].

Por lo tanto nos queda la siguiente ecuación:

$$S_s(\lambda, T_s) = R(\lambda)[\varepsilon(\lambda, T_s)L_b(\lambda, T_s) + \rho(\lambda, T_s)L_b(\lambda, T_{sur}) + S_0(\lambda)] \quad (2.2)$$

Para obtener la función respuesta y la radiación de fondo utilizamos el método *blacksur*. Este método consiste en tomar medidas de temperatura del cuerpo negro y del obturador. De esta forma no es necesario tomar dos medidas de temperatura del cuerpo negro y esperar a que cada una de ellas se estabilice.

El obturador es una placa metálica, con un recubrimiento de *Nextel Velvet Coating 811-21*, cuya emisividad es $\varepsilon_{obt} = 0.975$.

Obtenemos el siguiente sistema de ecuaciones, a partir de la señal para el cuerpo negro y para el obturador, de donde es inmediato hallar R y S_0 .

$$\begin{aligned} S_{cn}(\lambda, T_1) &= R(\lambda)[L(\lambda, T_1)] + S_0(\lambda) \\ S_{obt}(\lambda, T_2) &= R(\lambda)[\varepsilon_{obt}L(\lambda, T_2)] + S_0(\lambda) \end{aligned} \quad (2.3)$$

Finalmente, obtenemos la siguiente fórmula para la emisividad [8]:

$$\varepsilon = \frac{S_s - S_0 - RL_{sur}}{R(L_s - L_{sur})} \quad (2.4)$$

En la referencia [7] se realiza un completo estudio de la incertidumbre de los parámetros utilizados para hallar la emisividad mediante el método *blacksur* ya que, como habíamos

citado anteriormente, en comparación con otros métodos este es el que presenta menor error y es el más preciso.

De acuerdo a la ecuación (2.4) hay que medir cinco magnitudes para hallar la emisividad; la señal de la muestra (S_s), temperatura de la muestra y de la cámara, la función respuesta (R) y la radiación de fondo (S_0).

Para hallar la incertidumbre de cada una de ellas tenemos que derivar la ecuación (2.4) respecto de cada una de las cinco magnitudes.

$$\Delta \varepsilon_x = \left| \frac{\partial \varepsilon}{\partial x} \right| \Delta x \quad (2.5)$$

La incertidumbre global se calcula a partir de las incertidumbres individuales.

$$\Delta \varepsilon = \sqrt{\sum (\Delta \varepsilon_x)^2} \quad (2.6)$$

La incertidumbre relativa en la emisividad debida al parámetro x se define de la siguiente forma:

$$\frac{\Delta \varepsilon_x}{\varepsilon} = F_x \frac{\Delta x}{x} \quad (2.7)$$

donde $F_x = \frac{x}{\varepsilon} \frac{\partial \varepsilon}{\partial x}$ es el factor que determina la influencia de x en la incertidumbre de la emisividad. Cuanto más alto sea este valor, mayor será la incertidumbre producida.

La incertidumbre en la señal de la muestra, en general, decrece con la longitud de onda. Para la temperatura de la muestra, la incertidumbre será menor a temperaturas altas y longitudes de onda largas. Tendremos una baja incertidumbre para la temperatura de la cámara si trabajamos a longitudes de onda cortas o temperaturas altas, y de acuerdo con su dependencia con la emisividad, tendremos menor incertidumbre para emisividades altas. En cuanto a R y S_0 , la incertidumbre decrece según aumenta la temperatura o disminuye la longitud de onda.

Las conclusiones principales que se pueden extraer de dicho estudio [7], para el rango de temperaturas de nuestras medidas (200-600 °C), son las siguientes:

- El error a longitudes de onda cortas está dominado por la incertidumbre en la temperatura de la muestra, mientras que a longitudes de onda largas domina la temperatura de la cámara y la radiación de fondo.
- El error en la emisividad es mínimo en el rango de longitudes de onda comprendidas entre 5-8 μm , también se observa que el error aumenta más rápidamente para longitudes de onda cortas.
- El error disminuye a medida que aumenta la temperatura.

Por lo tanto, podemos concluir que el error añadido en el cálculo de la emisividad, debido a las cinco incertidumbres para nuestras temperaturas de medida y en un rango de longitudes de onda comprendido entre 5-10 μm , será siempre inferior al 3%.

A todo esto, habría que añadir una fuente de error adicional debida al propio espectrómetro FTIR. Este aparato realiza un muestreo constante en frecuencia cada 16 cm^{-1} , resolución de nuestro FTIR, obteniendo la radiación entrante en función de la longitud de onda λ o de su inverso $\sigma = \frac{1}{\lambda}$.

Realizando los incrementos de la última ecuación obtenemos la siguiente relación:

$$d\sigma = -\frac{1}{\lambda^2} d\lambda \quad (2.8)$$

Esta ecuación determina la razón por la cual, para un muestreo constante en σ se obtiene un muestreo inhomogéneo en λ . Esto explica porque a longitudes de onda cortas tenemos muchas más mediciones con respecto a longitudes de onda largas.

Pese a que, al no tener muchos datos para $\lambda > 20 \mu\text{m}$ nos veamos obligados a depender más de la interpolación, esto no implica un problema crítico debido a que el error en la emisividad para estas longitudes de onda es bastante alto (alrededor del 10%) [7].

2.4. Medida de la temperatura

La medida de la temperatura es el factor más importante a la hora de hallar la emisividad de la muestra debido a la fuerte dependencia con la temperatura de la radiación mostrada por la ley de Planck (1.1).

También necesitaremos hallar la temperatura de la muestra y de la cámara que la contiene. Para ello se utilizan termopares de tipo-K (*Chromel/Alumel*). Utilizamos un termopar de tipo-R (*Platinum/Rhodium*) para medir la temperatura del cuerpo negro.

En particular para medir la temperatura de la muestra se utilizaron dos termopares de tipo K. Para ello los hemos soldado en dos puntos de la muestra, consiguiendo así optimizar el contacto térmico [2], estando estos dos puntos a una distancia de 6 mm del centro de la misma y en posiciones diametralmente opuestas. De esta forma están lo suficientemente lejos del centro de medida evitando así que interfieran con la emisión de radiación.

A continuación, se observa una fotografía infrarroja de una muestra y el portamuestras (figura 4), sacada de un estudio de la distribución de temperatura en la superficie utilizando una cámara infrarroja [9], donde podemos apreciar una escala de colores en la que se indica la temperatura correspondiente para cada color de la muestra.

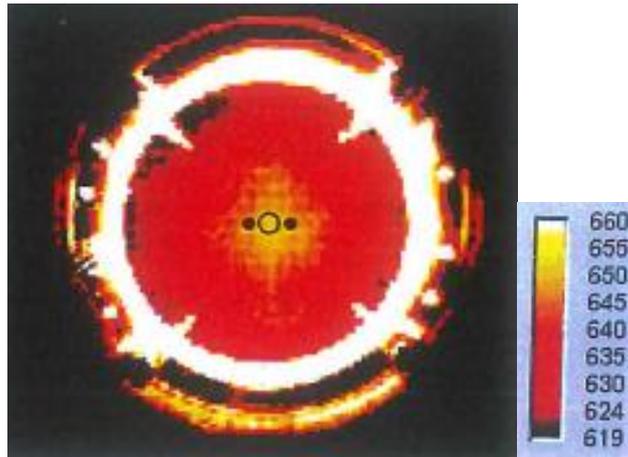


Figura 4: Fotografía infrarroja de la muestra y el portamuestras junto a una escala de colores en la que se indica la temperatura en grados centígrados.

En esta fotografía se pueden apreciar también los puntos de colocación de los termopares de tipo-K (los dos puntos negros cercanos al centro de la muestra, exactamente a 5 mm del centro de la misma), estos puntos se encuentran en el mismo color en la escala de temperaturas. Como puede observarse, el centro de la muestra está más caliente, pero la temperatura es homogénea en un entorno cercano al área de medida.

El error en la medida de la temperatura tiene dos contribuciones, por un lado el error cuadrático medio de la temperatura promedio en el área de medida y por otro lado, la diferencia de temperatura entre la temperatura promedio y la temperatura de los puntos donde se colocan los termopares. Las pruebas que se realizaron con cámara infrarroja en ese estudio [9], arrojaron una dependencia creciente de ambos errores con la temperatura. Para nuestras medidas, que presentan cierto ángulo de inclinación, hay que tener en cuenta que el área observada de la muestra es elíptica. También tendremos que tener en cuenta la homogeneidad de la elipse, que será peor cuanto mayor sea el ángulo de inclinación.

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos, llegamos a la conclusión de que el error en la temperatura superficial de la muestra, usando termopares soldados a la superficie, para el rango de temperaturas en el que se ha trabajado es inferior a 3 °C.

3. Resultados

3.1. Medidas AISI 304

La primera muestra que vamos a medir es la de AISI 304, se trata de un acero inoxidable austenítico, no magnético, con una estructura cúbica centrada en las caras. El objetivo de esta medida es comprobar la validez y precisión de nuestro aparato de medida y también hacer comparaciones con medidas realizadas por otros autores [10] y medidas obtenidas teóricamente a partir de las referencias [4,11].

En la siguiente tabla (tabla 1) se recoge la composición química del acero AISI 304.

| Cr | Ni | Si(máx) | P(máx) | S(máx) | Mn(máx) | C(máx) | Fe |
|-------|------|---------|--------|--------|---------|--------|---------|
| 18-20 | 8-11 | 0.75 | 0.04 | 0.03 | 2.00 | 0.08 | Balance |

Tabla 1: Composición química (wt% porcentaje en peso) del acero inoxidable AISI 304.

En primer lugar, introducimos la muestra en un baño de acetona para eliminar restos de suciedad o grasa que pudiera haber en su superficie y pudieran afectar a las medidas.

Se midió la rugosidad de la muestra de AISI 304 haciendo varios barridos de su superficie mediante un rugosímetro con el que se obtuvieron los siguientes valores (tabla 2):

| | R_a | R_q | R_z | R_t |
|----------------------------|-------|-------|-------|-------|
| Rugosidad(μm) | 0.05 | 0.06 | 0.33 | 0.41 |

Tabla 2: Rugosidad AISI 304.

donde R_a es la rugosidad media aritmética, R_q es la rugosidad media cuadrática, R_z es la altura máxima media y R_t es la altura máxima absoluta [25,26].

La rugosidad superficial afecta notablemente a las medidas de emisividad en metales en el rango de bajas longitudes de onda, ya que se producen reflexiones difusas y la superficie de la muestra no se comporta especularmente.

A continuación, soldamos los dos termopares a una distancia de 6 mm del centro de la muestra y en posiciones diametralmente opuestas. Se coloca la muestra en la cámara y se procede a hacer vacío con el fin de evitar absorciones de radiación. La presión de la cámara durante las medidas ha sido de $P_0 = 1.3 \cdot 10^{-3}$ mbar.

Las medidas de la emisividad se han realizado en vacío, a lo largo de dos ciclos de calentamiento desde 200 °C hasta 500 °C. Se ha elegido esta temperatura máxima de medida (500 °C) debido al fenómeno de sensibilización de los aceros inoxidables que consiste en que, cuando estos se exponen a temperaturas entre 500 °C y 800 °C durante un tiempo determinado, se produce precipitación de carburos de cromo hacia los límites de grano, con lo cual se reduce la concentración de cromo en sus cercanías, haciendo esa área susceptible a la corrosión [12].

Hemos realizado dos ciclos para poder así observar la repetibilidad de los resultados de emisividad obtenidos. A partir de ellos, queda validada la capacidad de nuestro instrumento de dar el mismo resultado en mediciones diferentes realizadas en las

mismas condiciones a lo largo de diferentes periodos de tiempo. Debido a la gran concordancia de los resultados obtenidos en los dos primeros ciclos no ha sido necesario realizar otro ciclo adicional para contrastar la precisión entre los resultados.

Para cada ciclo se ha calculado la emisividad en intervalos de temperatura de 100 °C y esperando a que la temperatura se estabilizase para cada una de las medidas. Es imprescindible la estabilización de la temperatura antes de proceder a las medidas puesto que, la emisividad se trata de una propiedad definida en equilibrio térmico.

Para cada una de las medidas, con la temperatura estabilizada, se ha rotado la muestra sucesivamente para hallar la emisividad espectral direccional. Se han utilizado los siguientes ángulos: 10, 30, 50, 60, 70 y 80 grados. Para los ángulos de 20 y 40 grados no se han tomado medidas debido a las ecuaciones de Fresnel que, como ya habíamos mencionado anteriormente, para ángulos pequeños no nos arrojarían cambios apreciables en los valores de emisividad. Por lo tanto, es razonable no hacer muchas mediciones de emisividad para los ángulos comprendidos entre 10 y 40 grados. Sin embargo, hacer un estudio exhaustivo para ángulos mayores sí que es importante debido a que, para estos ángulos se observan cambios apreciables en la emisividad.

Las emisividades a temperaturas bajas en los extremos de nuestro rango de longitudes de onda presentan mucho error, por lo tanto no se representarán en las gráficas siguientes dichas longitudes de onda, ya que no son datos fiables.

En la siguiente figura se muestran los valores de emisividad espectral medidos a 10 ° para cuatro temperaturas diferentes en función de la longitud de onda (figura 5). Para mayor claridad a la hora de mostrar los errores correspondientes a las medidas de emisividad realizadas, las figuras 6 y 7 se muestran por separado.

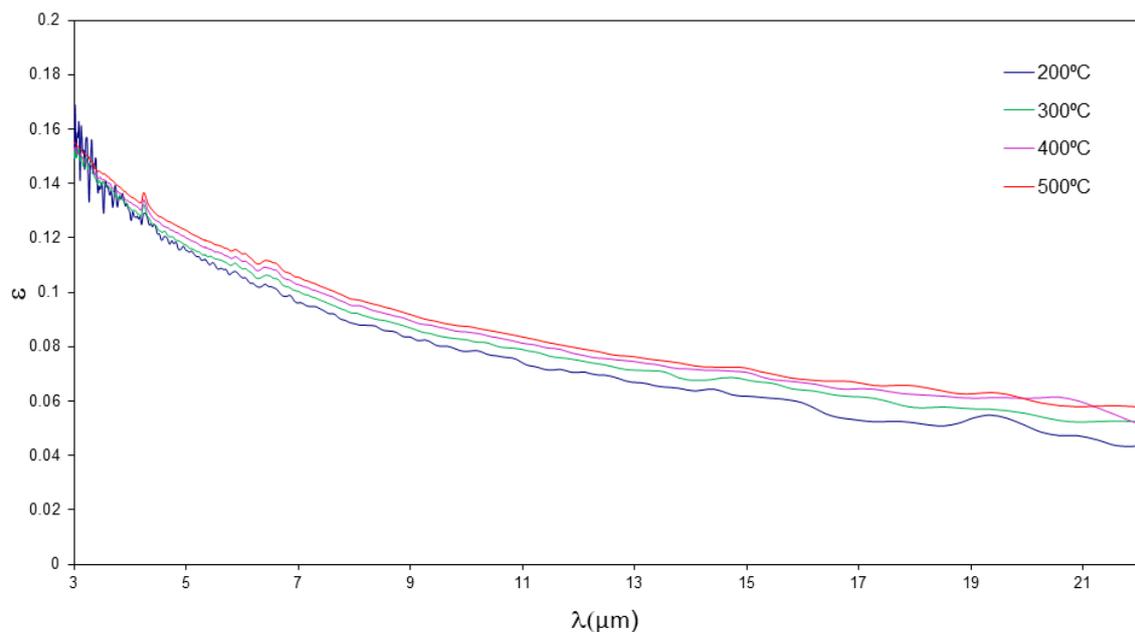


Figura 5: Emisividad de la muestra a 10 grados de inclinación para distintas temperaturas.

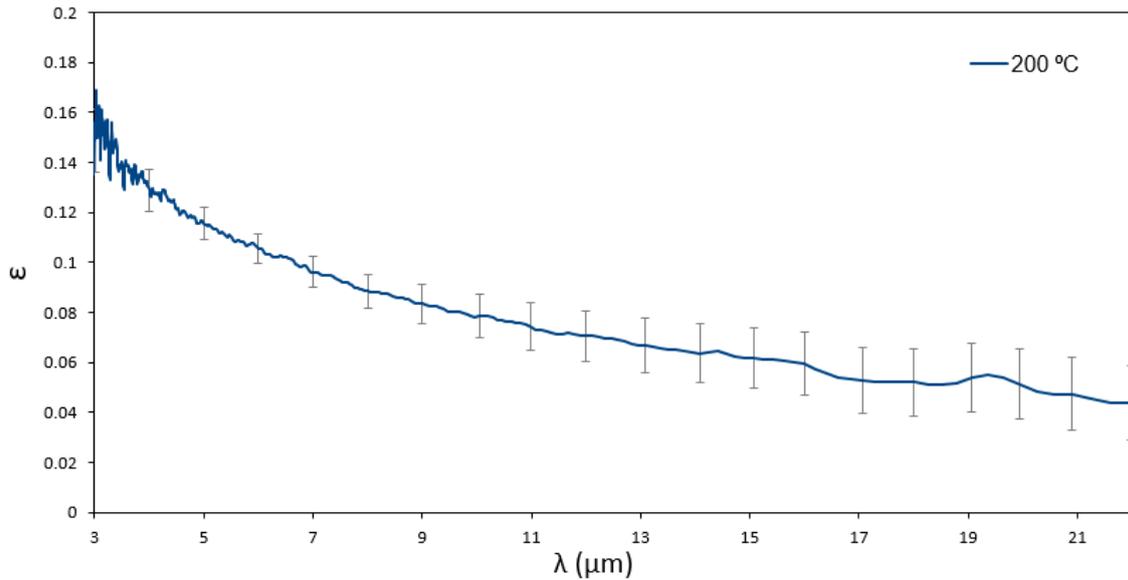


Figura 6: Emisividad espectral medida a 10 ° de inclinación con barras de error cada 1 μm en longitud de onda ($T = 200$ °C).

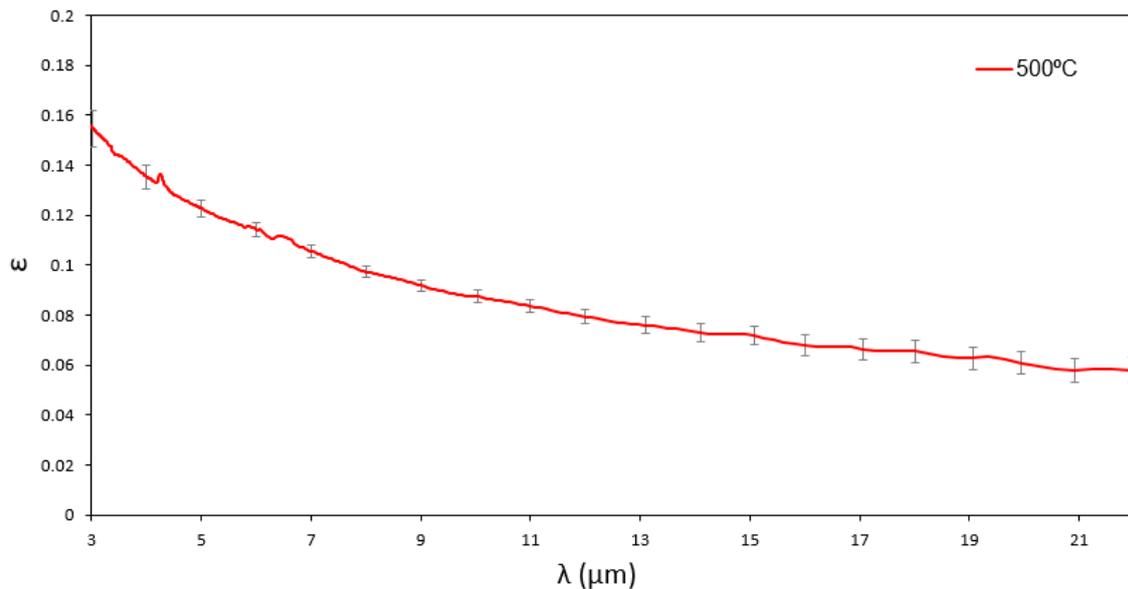


Figura 7: Emisividad espectral medida a 10 ° de inclinación con barras de error cada 1 μm en longitud de onda ($T = 500$ °C).

El procedimiento seguido a la hora de hallar las barras de error de las figuras 6 y 7 viene especificado en la sección 2.3 de este trabajo, también está citado en la referencia [7].

En la figura 5 podemos observar que la muestra presenta una emisividad baja y una débil dependencia de la emisividad espectral con la temperatura, este es el comportamiento típico en metales que presentan un alto grado de pureza junto con una superficie pulida, que prácticamente no presenta rugosidad. Este resultado está también de acuerdo con la baja dependencia con la temperatura de la resistividad eléctrica de este tipo de acero.

La emisividad de la muestra presenta un comportamiento monótonamente decreciente a medida que aumentamos la longitud de onda y la emisividad tiende a valores mayores con el aumento de la temperatura.

Cabe mencionar que, en la figura 5 podemos apreciar varios picos en las curvas de emisividad, en concreto el pico que se observa en $\lambda \approx 4.3 \mu\text{m}$ es debido a absorciones de CO_2 y el pico en torno a $\lambda \approx 6.3 \mu\text{m}$ se debe a absorciones de H_2O [5]. Esto se puede justificar debido a la presencia de pequeñas cantidades de H_2O y CO_2 al realizar la purga del cuerpo negro.

En las figuras 6 y 7, se muestran los valores de emisividad obtenidos para las temperaturas 200 °C y 500 °C, respectivamente, con sus correspondientes barras de error en intervalos de 1 μm de acuerdo a los cálculos detallados en la referencia [7]. Comparando ambas gráficas se observa que las barras de error para la temperatura de 500 °C son más pequeñas que para las de 200 °C, lo que concuerda con el comportamiento esperado según lo reportado en la literatura [7].

También se aprecia un cambio más pronunciado del error para longitudes de onda cortas con respecto a longitudes de onda largas. La incertidumbre en el error para la temperatura más baja medida queda por encima del 10% para un amplio rango espectral, lo que se considera inadmisibles en la medida. Por lo tanto, en todas las gráficas sólo se muestran longitudes de onda superiores a 3 μm , ya que a bajas longitudes de onda tenemos un ruido elevado en la medida y longitudes de onda inferiores a 22 μm , ya que a medida que aumentamos el valor de la longitud de onda el cálculo del error en la medida va creciendo.

A partir de los resultados obtenidos para las temperaturas de 300 °C, 400 °C y 500 °C, en el rango de longitudes de onda establecido podemos estimar, en general, un error en la medida inferior al 3-4%.

A continuación, se muestra la figura 8, donde se aprecia la emisividad en función de los diferentes ángulos de medida para la temperatura más alta que se ha utilizado. Cabe destacar que estas medidas se realizaron para las otras cuatro temperaturas de trabajo, y los datos obtenidos se utilizaron para el cálculo de la emisividad total hemisférica del apartado 3.3 de esta memoria.

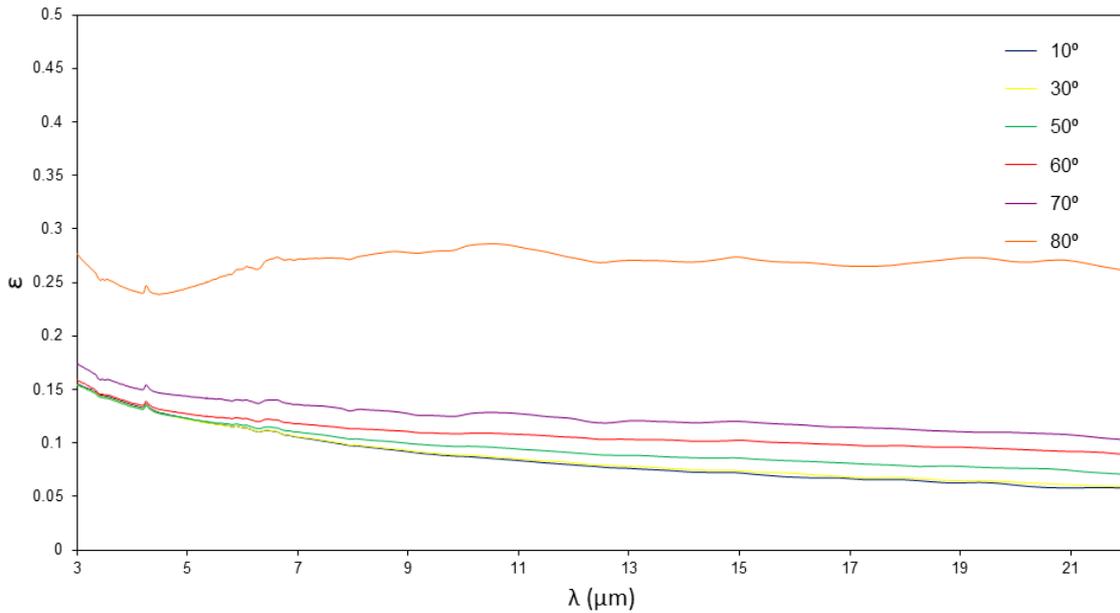


Figura 8: Emisividad de la muestra a 500 °C para diferentes ángulos.

Los resultados obtenidos de emisividad concuerdan con el comportamiento que era de esperar para metales en función del ángulo de emisión [4]. Se observa que no hay cambios apreciables de emisividad para ángulos comprendidos entre 10 ° y 50 °, y se produce un aumento considerable a medida que nos acercamos a 80 °.

En la siguiente figura se muestran los datos de emisividad para tres longitudes de onda $\lambda = 5, 10$ y $15 \mu\text{m}$ obtenidos para la temperatura de 500 °C, donde podemos comprobar la dependencia de la emisividad en función del ángulo de inclinación de la muestra respecto de la normal. Además, se muestran también los datos de emisividad teóricos calculados a partir de la ecuación (1.14), utilizando el valor de resistividad eléctrica de la referencia [11].

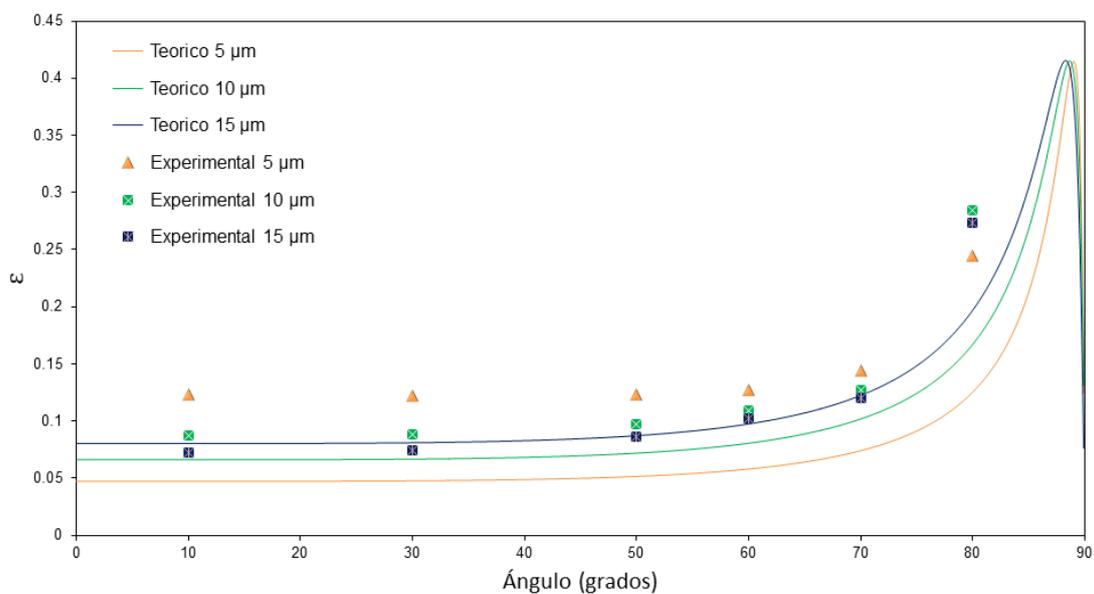


Figura 9: Comparación entre la predicción teórica y los resultados experimentales para $\lambda = 5, 10$ y $15 \mu\text{m}$ para la emisividad en función del ángulo ($T = 500 \text{ }^\circ\text{C}$).

Se observa que, como ya se mencionó para la figura 8, nuestras medidas cumplen el comportamiento típico de los metales para la emisividad direccional espectral en función del ángulo.

Se observa en la figura 9, que los valores de emisividad teóricos y experimentales concuerdan razonablemente para $\lambda = 15 \mu\text{m}$. Sin embargo, a medida que disminuimos el valor de λ se producen mayores discrepancias entre los resultados. La posible razón de estas discrepancias reside en el hecho de que hemos utilizado la aproximación de Hagen-Rubens de la ecuación (1.14), considerando $n = k$ y además el límite de esta aproximación se encuentra en $\lambda = 5 \mu\text{m}$, como se menciona en el capítulo 3 de la referencia [4]. Por lo tanto, como podemos apreciar en la figura 9, según disminuimos la longitud de onda acercándonos a dicho límite la diferencia entre los valores de emisividad teóricos y experimentales aumenta.

A partir de los datos obtenidos experimentalmente no podemos conocer la posición del pico de emisividad, sería necesario un estudio minucioso en función del ángulo, por ejemplo cada 2° , con el objetivo de dilucidar el ángulo exacto para el cual se produce el máximo de emisividad real para esa temperatura y longitud de onda.

3.1.1. Comparación con la teoría y con otros autores

En este apartado se realizará una comparación de los resultados experimentales con los obtenidos teóricamente a partir la ecuación de Hagen-Rubens (1.16) y los hallados por otros autores [10].

Los valores de resistividad eléctrica utilizados para la ecuación de Hagen-Rubens han sido obtenidos haciendo una interpolación con los datos de la referencia [11]. En la siguiente tabla (tabla 3) se recogen los valores utilizados:

| | | |
|---|---------------------|---------------------|
| Temperatura ($^\circ\text{C}$) | 200 | 400 |
| Resistividad eléctrica ($\Omega\cdot\text{cm}$) | $8.5 \cdot 10^{-5}$ | $9,7 \cdot 10^{-5}$ |

Tabla 3: Resistividad eléctrica para cada temperatura.

En la siguiente figura se muestra una comparación de la emisividad obtenida para 200 y 400 $^\circ\text{C}$ frente a la emisividad expresada por la ecuación de Hagen-Rubens (1.16). También se incluyen en la misma figura los resultados de otros autores [10].

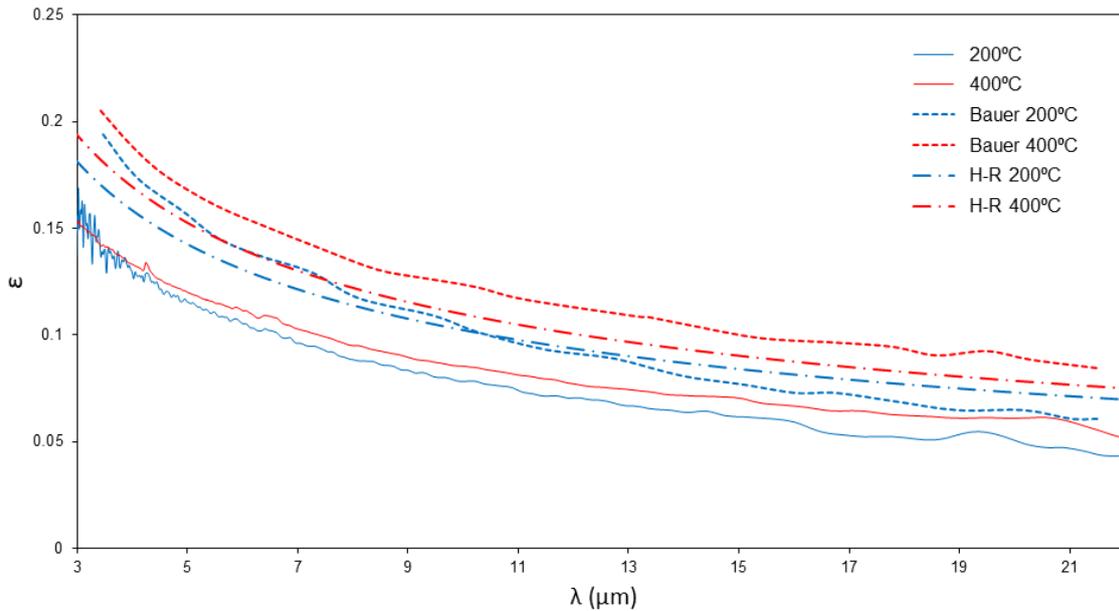


Figura 10: Comparación con Hagen-Rubens y con otros autores (Bauer) de los datos experimentales obtenidos para 200 °C y 400 °C.

Se observa una discrepancia notoria entre la comparación teórica (Hagen-Rubens) y los datos experimentales. Es de suponer que la emisividad de la muestra sea mayor que la teórica debido a que no presenta un pulido ideal de su superficie, sin embargo se observa lo contrario. Esto puede deberse a que las aproximaciones que realizamos mediante la ecuación de Hagen-Rubens no son acertadas, en concreto, el dato de resistividad utilizado puede que no sea representativo de nuestra muestra de AISI 304.

En cuanto a la comparación con otros autores (Bauer), las discrepancias entre los resultados pueden deberse a que las condiciones superficiales de rugosidad de ambas medidas son diferentes. Desgraciadamente, en el paper de la referencia [10] no se hace mención alguna de las condiciones superficiales de la muestra, sólo se especifica que está pulida. Suponiendo que la rugosidad media de la muestra de Bauer fuera mayor que la nuestra, se explicaría la razón por la cual su emisividad es mayor.

3.2. Medidas Eurofer 97

A finales de la década de los setenta se empezaron a considerar los aceros de Cromo-Molibdeno (Cr-Mo) como potenciales materiales en los reactores de fusión, cumpliendo la función de primer muro protector y manto “alimentador” asegurando autosuficiencia respecto a la producción de tritio.

Los reactores de fusión requieren de aceros resistentes a la radiación producida por el bombardeo de neutrones de alta energía (14 MeV), que soporten temperaturas elevadas y no se modifique su estructura. También deben cumplir los requisitos para una operación segura y eliminación de desechos radioactivos. Como consecuencia de

todos estos requerimientos se desarrollaron unos nuevos aceros denominados “aceros de activación reducida”.

Los aceros ferríticos/martensíticos de activación reducida se consiguieron sustituyendo el Molibdeno de los aceros convencionales de Cr-Mo por Wolframio (W) y/o Vanadio (V), y reemplazando el Niobio (Nb) por Tantalio (Ta). Fue de especial importancia la reducción de su concentración de Nb de cara a cumplir con los criterios de enterramiento o reciclaje en tierras poco profundas. Los niveles de radioactividad en estos aceros están dos órdenes de magnitud por debajo de los aceros de Cr-Mo. Además, presentan mejores propiedades mecánicas y físicas que los aceros convencionales [13].

La presencia de Vanadio en la aleación proporciona las siguientes características: mayor dureza, ayuda en la formación de granos de tamaño fino, aumenta la resistencia a los impactos (resistencia a las fracturas por impacto) y también la resistencia a la fatiga.

El Eurofer 97 es un material de referencia en el marco del acuerdo europeo de desarrollo de materiales estructurales para reactores de fusión. Esta aleación ha sido fabricada en Europa de acuerdo a las especificaciones de composición química requeridas para un acero ferrítico/martensítico de activación reducida tipo 9CrWTaV.

La muestra de Eurofer 97 que se utilizará para las medidas de emisividad ha sido proporcionada por Karlsruhe Institute of Technology (KIT) y pertenece a EUROFER97-2 lote 993391 y su composición química se muestra en la siguiente tabla (tabla 4), donde wt% significa porcentaje en peso.

| | W | Cr | V | N | Ta | C | Fe |
|-----|------|------|-----|------|------|-----|---------|
| wt% | 1.08 | 8.83 | 0.2 | 0.02 | 0.12 | 0.1 | Balance |

Tabla 4: Composición química del Eurofer 97 utilizado.

La muestra recibida de Eurofer 97 tiene unas dimensiones de 4.2 cm x 4.4 cm y se ha observado que presenta un patrón de anisotropía por laminado que podría tener influencia a la hora de analizar la rugosidad y los resultados de emisividad obtenidos.

Repetimos el mismo procedimiento que con el acero 304; sometemos la muestra a un baño de acetona y medimos su rugosidad haciendo varios barridos de su superficie, en dirección paralela al laminado y en dirección perpendicular a este. Los resultados obtenidos se recogen en la siguiente tabla (tabla 5):

| | R_a | R_q | R_z | R_t |
|--------------------------------|-------|-------|--------|-------|
| Paralelo(μm) | 5.10 | 6.375 | 28.985 | 36.86 |
| Perpendicular(μm) | 6.54 | 8.070 | 32.815 | 54.72 |

Tabla 5: Rugosidad Eurofer 97 obtenida con un rugosímetro.

A partir de los resultados de la tabla 5, se observa que la muestra presenta una mayor rugosidad en la dirección perpendicular al laminado.

Se han soldado dos termopares a 6 mm del centro de la muestra y a continuación, se ha procedido a colocar la muestra en la cámara con el eje de giro paralelo al laminado.

Se ha realizado vacío en la cámara para evitar absorciones por CO_2 o H_2O y se ha alcanzado una presión de $P_0 = 1.6 \cdot 10^{-3}$ mbar. Sin embargo, debido a la dificultad de estabilizar la temperatura, las medidas de emisividad se han realizado en una atmósfera de Ar, atmósfera inerte, consiguiendo así un control más sencillo de la temperatura superficial de la muestra.

El estudio de emisividad se ha realizado en el material en estado de recepción en las condiciones de operación de este en los futuros reactores de fusión. Las medidas se han realizado durante un ciclo de calentamiento en el rango de temperaturas comprendido entre 200 °C y 600 °C. Tras una amplia búsqueda y ante la falta de medidas encontradas de emisividad del Eurofer 97, se ha decidido realizar un estudio completo de emisividad direccional cada 10 ° entre 10 ° y 80 °.

Como se describió anteriormente, debido a los errores en los márgenes del rango de medida del FTIR escogemos los valores de emisividad para los cuales el error es admisible. Esto es, medidas en el rango de longitudes de onda entre 3 μm y 22 μm .

A continuación, al igual que hicimos con la muestra de AISI 304 (figura 5), se muestra la figura de emisividad del Eurofer 97 frente a la longitud de onda para diferentes temperaturas con un ángulo de inclinación de 10 °.

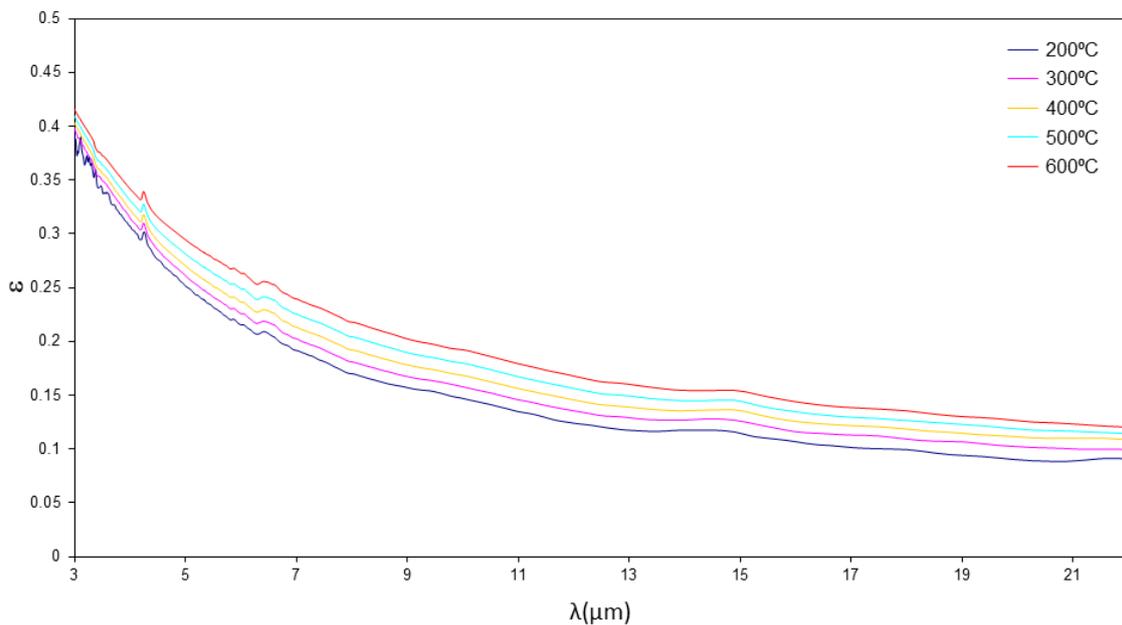


Figura 11: Emisividad de la muestra a 10 grados para distintas temperaturas.

En la figura 11, se observa un comportamiento monótonamente creciente de emisividad con la temperatura y podemos apreciar también los picos de absorción de CO_2 y H_2O que se encuentran en torno a $\lambda \approx 4.3 \mu\text{m}$ y $\lambda \approx 6.3 \mu\text{m}$ respectivamente, estos son debidos, como ya habíamos mencionado anteriormente, a la purga del cuerpo negro.

Como en el caso del acero AISI 304 se observa el típico comportamiento metálico con una disminución de la emisividad al incrementar la longitud de onda.

En las dos siguientes figuras se muestran los valores de emisividad obtenidos para la muestra de Eurofer 97 a 200 °C y 600 °C, con sus respectivas barras de error en intervalos de 1 μm .

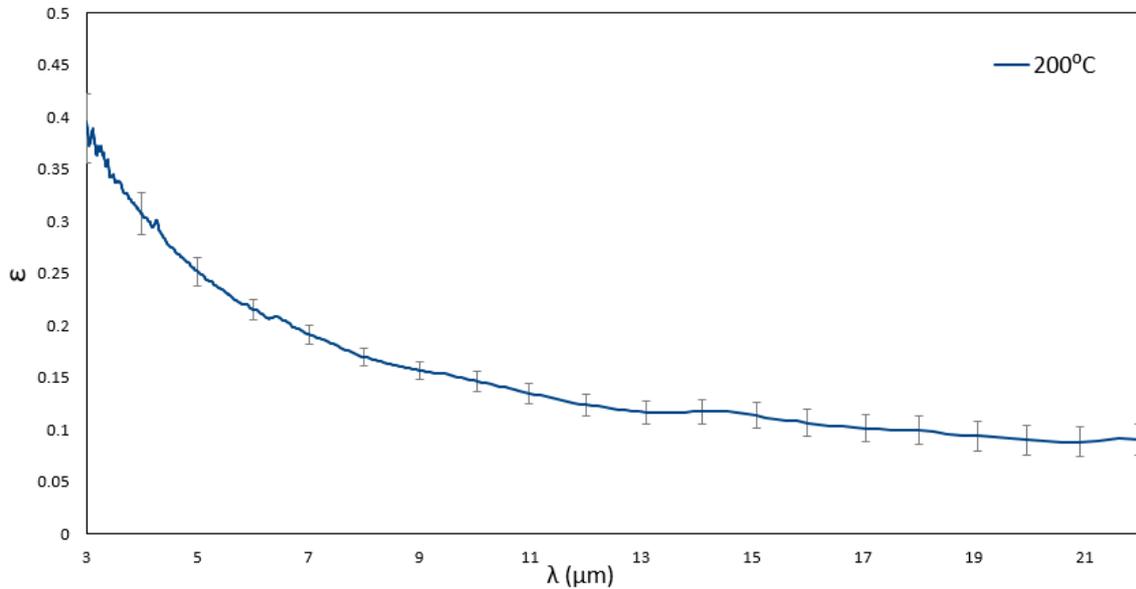


Figura 12: Emisividad espectral medida a 10 ° de inclinación con barras de error cada 1 μm en longitud de onda ($T = 200$ °C).

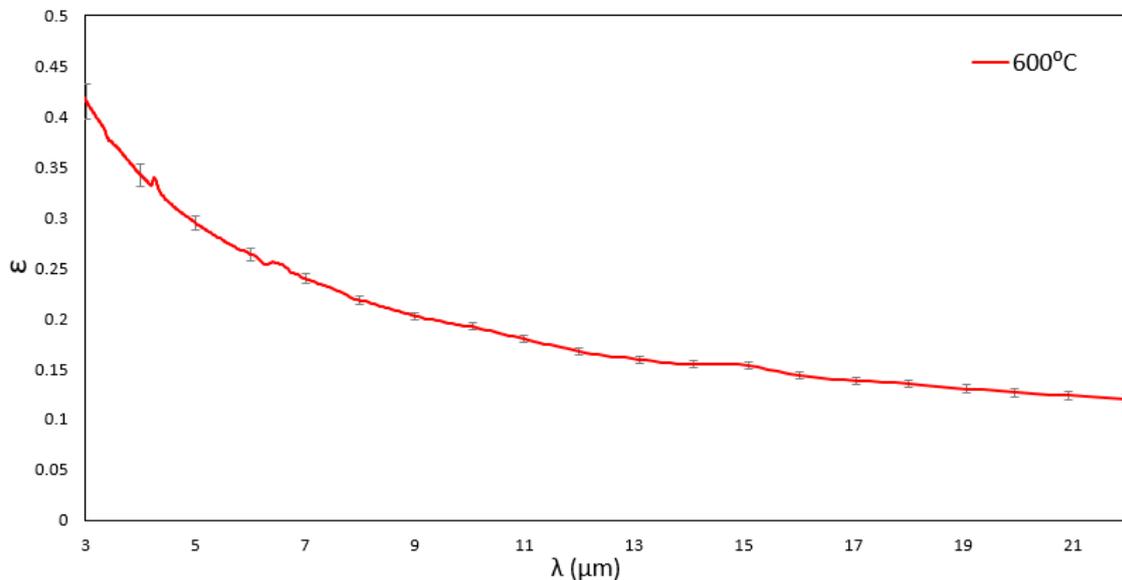


Figura 13: Emisividad espectral medida a 10 ° de inclinación con barras de error cada 1 μm en longitud de onda ($T = 600$ °C).

Comparando las figuras 12 y 13, se aprecia nuevamente una mayor precisión en los resultados al aumentar la temperatura, estando este resultado de acuerdo con la referencia [7]. Además, podemos estimar, en general, un error en la medida inferior al

3-4% para las temperaturas superiores a 300 °C en el rango de longitudes de onda establecido.

En las figuras 14 y 15 se muestran los valores de emisividad para diferentes ángulos en función de la longitud de onda, obtenidos a 200 °C y 600 °C.

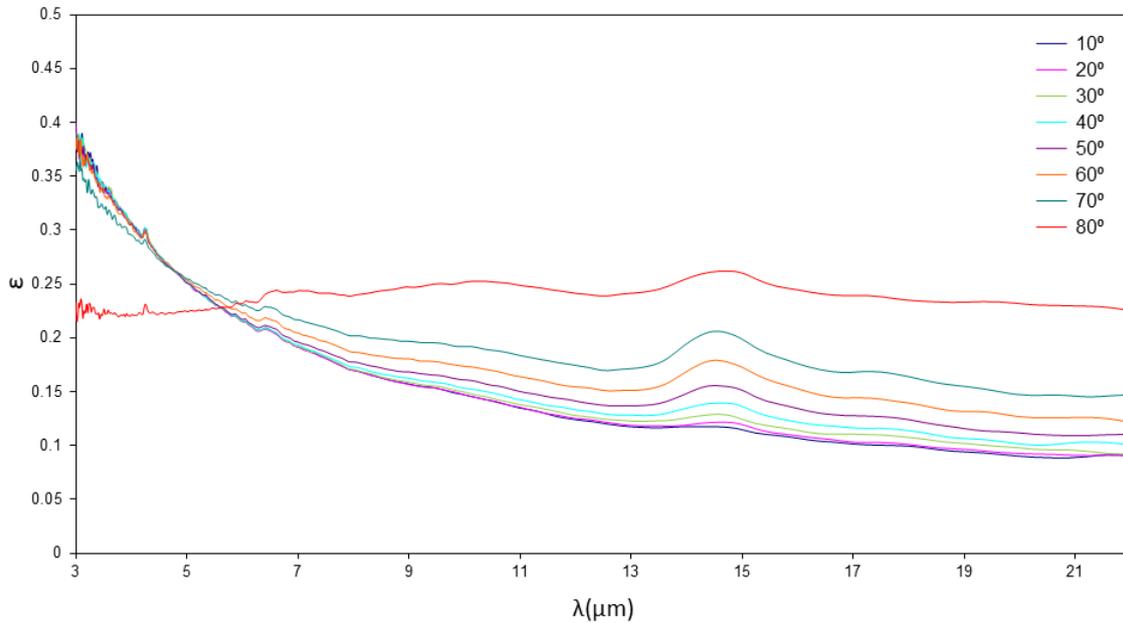


Figura 14: Emisividad de la muestra a 200 °C para distintos ángulos.

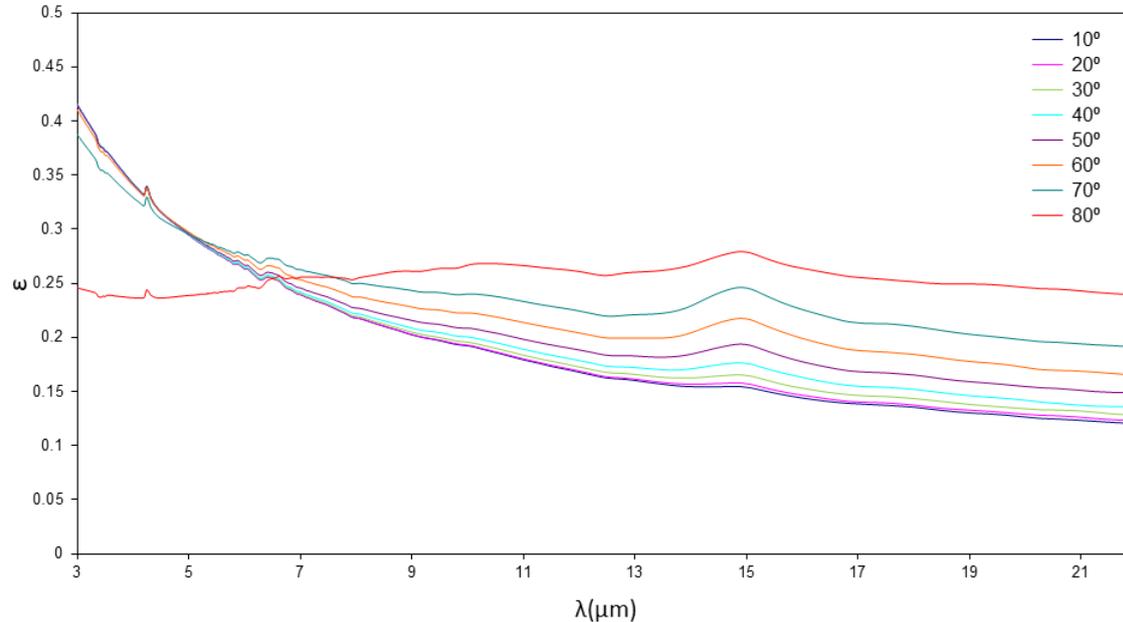


Figura 15: Emisividad de la muestra a 600 °C para distintos ángulos.

A partir de las figuras 14 y 15, se observa que la muestra para el rango de longitudes de onda comprendido entre 7 μm y 22 μm presenta el comportamiento típico de los metales, mostrando un incremento en la emisividad con el ángulo. Sin embargo, esto no ocurre así para longitudes de onda menores. En concreto, se aprecia una disminución

en la emisividad a longitudes de onda cortas según aumentamos en ángulo de medida, llegando a cortarse las curvas de emisividad alrededor de 5-7 μm .

Este comportamiento se debe a que a longitudes de onda corta, no son válidas las suposiciones establecidas de la teoría electromagnética [4], y por ello se observa una disminución rápida en la emisividad para estas longitudes de onda a medida que aumentamos el ángulo de la muestra respecto de la normal.

En referencia a las gráficas anteriores, se advierte un pico de emisividad alrededor de 15 μm , este aumento en la emisividad no es debido a absorciones por CO_2 o H_2O . Es razonable pensar, a pesar de no conocer el ciclo térmico al que ha sido sometida la muestra, que la existencia de dicho pico pueda deberse a las propiedades estructurales o a los efectos de rugosidad superficial del material.

3.3. Comparación emisividad total hemisférica con otros autores

El cálculo seguido para hallar la emisividad total hemisférica (ϵ_h) de ambas muestras aparece detallado en la sección 1.3.2. de este trabajo.

En este apartado se procederá a estudiar la emisividad total hemisférica de ambas muestras y se cotejarán los resultados obtenidos con datos de otros autores.

La muestra de AISI 304 se comparará con los estudios realizados en una muestra del mismo material, citados en la referencia [14].

Sin embargo, no es posible cotejar los resultados de la muestra de Eurofer 97 con estudios realizados por otros autores sobre el mismo material, debido a que no se ha podido encontrar datos de estos. La solución a este problema ha sido comparar nuestros resultados de Eurofer 97 con los resultados obtenidos para otro acero con una composición química muy parecida y que, al igual que el Eurofer 97, es un acero candidato a ser componente estructural en los futuros reactores de fusión.

En la siguiente tabla (tabla 6), recogemos la composición química del acero A387 grado 91 obtenida de la referencia [15].

| Cr | V | Mo | Mn | N | C | Si | Fe |
|-------|-----------|-----------|---------|-----------|-----------|---------|---------|
| 8-9.5 | 0.18-0.25 | 0.85-1.05 | 0.3-0.6 | 0.03-0.07 | 0.08-0.12 | 0.2-0.5 | Balance |

Tabla 6: Composición del acero A387 grado 91 en %.

La muestra de A387 grado 91, de acuerdo con lo descrito en esa referencia, se sometió después del mecanizado a una abrasión suave por descarga eléctrica.

Por comparación entre las tablas de composición química de ambos aceros (tablas 4 y 6), podemos apreciar que la concentración de V y Cr es prácticamente la misma en ambos materiales. Como ya habíamos mencionado anteriormente la introducción de V en la aleación es lo que le confiere a estos aceros sus características de dureza y resistencia a los impactos y a la fatiga. Por lo tanto, es razonable contrastar nuestros resultados con los obtenidos para el acero A387 grado 91 [15].

En la siguiente figura (figura 16) se muestran los resultados obtenidos de emisividad total hemisférica del AISI 304 en comparación con los resultados de la referencia [14]. Además, se ha realizado una interpolación de los valores obtenidos.

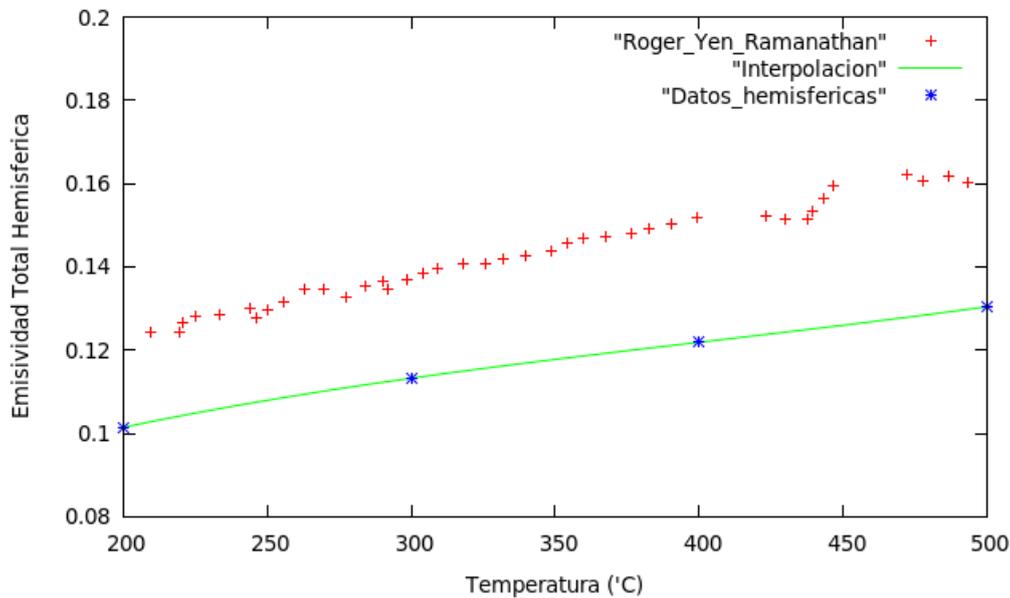


Figura 16: Comparación de emisividad total hemisférica del AISI 304.

Se aprecia un crecimiento de ε_h a medida que aumenta la temperatura, desde 0.101 a 200 °C hasta 0.131 a 500 °C. Aunque no se muestren los resultados de emisividad normal total, esta presenta también un comportamiento creciente con la temperatura, situándose por debajo de los datos de emisividad total hemisférica.

Cabe destacar la importancia de los cálculos de emisividad total hemisférica a partir de la emisividad direccional, ya que estos nos permiten extraer información de manera más sencilla e intuitiva, y nos permiten una mejor interpretación del comportamiento emisor de los materiales para las diferentes temperaturas.

El error en la emisividad total hemisférica de la figura 16, obtenida del estudio sobre la muestra de AISI 304 desarrollado en la referencia [14], estipula un error en ε_h no superior al 3% para las medidas realizadas por estos autores.

Sin embargo, para el estudio realizado sobre la muestra de A387 [15], que se muestra en la figura 17, no aparece indicado el error en la medida. Supondremos por tanto que dicho error es el típico de este tipo de medidas (inferior al 3%). Tampoco aparece citada la rugosidad superficial de la muestra, como se ha comentado anteriormente, sólo se hace referencia a una abrasión suave.

El error en la emisividad total hemisférica se obtiene mediante las ecuaciones (1.10 y 1.12), integrando para longitudes de onda entre 0.14 μm y 100 μm los valores de emisividad direccional espectral subestimados y sobreestimados, y haciendo una media de los valores obtenidos. A continuación, utilizamos la ecuación (1.12) e integramos en función del ángulo para obtener ε_h . De acuerdo con la referencia [14], este error se encuentra por debajo del 3% para nuestras medidas realizadas.

En la figura 17 se muestran los resultados obtenidos de emisividad total hemisférica (ϵ_h) del Eurofer 97 en comparación con los resultados de la referencia [15].

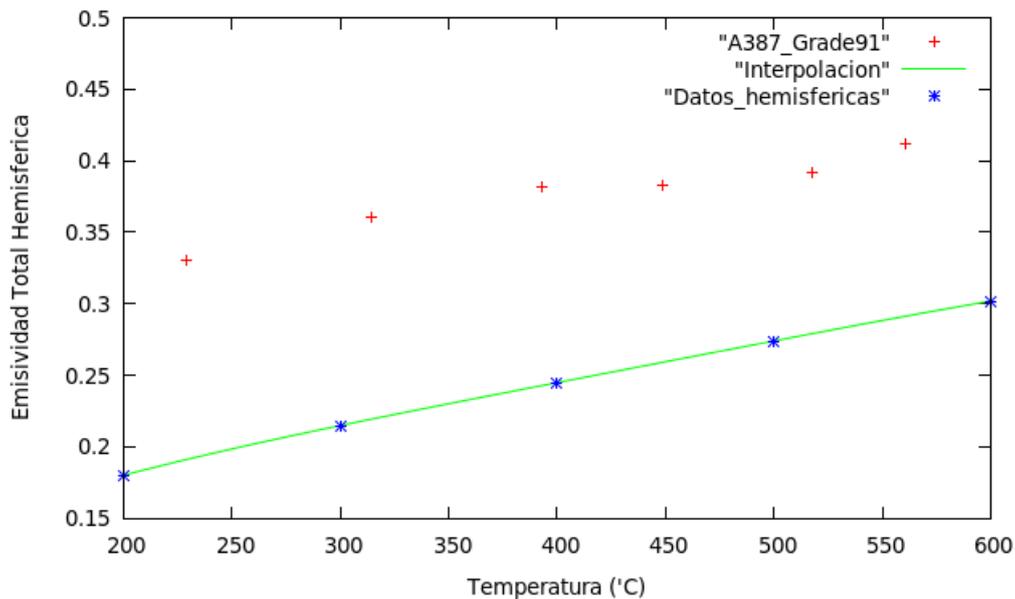


Figura 17: Comparación de emisividad total hemisférica del Eurofer 97 con el acero A387.

De los datos obtenidos de la figura 17 para la muestra de Eurofer 97 se observa también, al igual que con el acero AISI 304, un crecimiento con la temperatura de la emisividad total hemisférica, variando desde 0.18 a 200 °C hasta 0.30 a 500 °C.

Comparando las figuras 16 y 17 con la expresión de la emisividad hemisférica dada por la ecuación teórica de Parker y Abbott de la referencia [14], se observa que nuestras medidas presentan el típico comportamiento creciente de emisividad hemisférica de los metales con la temperatura.

Cabe añadir, que los resultados obtenidos de la referencia [14] que se aprecian en la figura 17, puede que no sean muy acertados debido a que la emisividad total hemisférica presenta un comportamiento oscilante a medida que aumenta la temperatura.

Los resultados de las figuras 16 y 17 no concuerdan con los de otros autores. Esto puede explicarse debido a la fuerte dependencia de la emisividad con las condiciones superficiales y estructurales de los materiales bajo estudio. Además, las muestras de AISI 304 y Eurofer 97 no tienen porque presentar la misma composición química que las muestras con las que se comparan.

Por lo tanto, la posible razón de estas discrepancias radica principalmente en el desconocimiento de las condiciones superficiales de rugosidad de los aceros 304 y A387. Desgraciadamente, este hecho imposibilita realizar comparaciones relevantes de nuestros datos.

CONCLUSIONES

Se han estudiado las características emisivas de dos aceros inoxidable, AISI 304 y Eurofer 97, en estado de recepción, a diferentes temperaturas y ángulos de emisión mediante un radiómetro infrarrojo de alta precisión. Con el objetivo de poder realizar comprobaciones con otros autores se hizo un estudio de la rugosidad superficial de ambas muestras.

Mediante la utilización de termopares soldados a la muestra se ha conseguido medir la temperatura superficial del material, en el rango de temperaturas de nuestro estudio, con un error inferior a 3 °C.

Las medidas efectuadas sobre el 304 se realizaron en vacío y la medida de la rugosidad de la muestra arrojó un valor medio de 0.06 μm . Se realizaron dos ciclos de calentamiento desde 200 °C hasta 500 °C para poder así observar la repetibilidad de los resultados de emisividad obtenidos. Debido a la concordancia de estos resultados para ambos ciclos, llegamos a la conclusión de que se podía proseguir con el estudio de emisividad y que la muestra de AISI 304 no presenta oxidación en su superficie.

Las mediciones de Eurofer 97 se realizaron en una atmósfera inerte de Ar para tener una mejor estabilización de la temperatura y la muestra arrojó una rugosidad media de 5.10 μm en la dirección de laminado y 6.54 μm en dirección perpendicular a este.

Después de un estudio de las principales fuentes de error en la medida de la emisividad se llegó a la conclusión de que nuestro error se encuentra por debajo del 3-4% en el rango de medida comprendido entre 3-22 μm para temperaturas superiores a 300 °C.

También se corroboró que los valores obtenidos de emisividad para ángulos comprendidos entre 0-50 ° prácticamente no varían y que se produce un pico de emisividad cerca de 80 ° si seguimos aumentando el ángulo de inclinación de la muestra. Esto coincide con lo esperado teóricamente para materiales metálicos.

Al comparar los resultados de emisividad hemisférica total con los de otros autores se observó que nuestros valores de emisividad se encontraban por debajo, y que la diferencia entre los resultados era considerable. Una explicación a este hecho radica en el desconocimiento de dos factores: por un lado la rugosidad superficial de las muestras, y por otro lado las propias muestras con las que estamos realizando la comparación. Es importante destacar que la presencia de una mayor rugosidad o de una capa de óxido incrementa la emisividad.

En concreto, la muestra de Eurofer 97 es comparada con otro tipo de acero de composición química parecida, y además nuestra muestra presenta un patrón por laminado que puede explicar las discrepancias en los resultados obtenidos de ambos estudios (Eurofer 97 y A387).

Queda pendiente, de cara a un estudio más exhaustivo de estos materiales, medidas de emisividad a intervalos en el ángulo de emisión más pequeños (alrededor de 2°), consiguiendo de esta forma caracterizar la posición exacta del pico de emisividad en función del ángulo de inclinación.

También sería muy interesante realizar un pulido de la muestra de Eurofer 97 de forma que se asemeje a las condiciones de operación de este material en los futuros reactores de fusión. Volver a realizar estas medidas con la muestra pulida tendría gran relevancia e incluso sería factible una publicación en una revista científica, ya que no hay datos de emisividad publicados en la literatura y estos son indispensables a la hora de calcular los flujos de calor por radiación que se producen en los reactores en servicio.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] A.J. Baldwin; J.E.R. Lowell-Smith, The emissivity of stainless Steel in dairy plant thermal design. New Zealand Dairy Research Institute, private Bag 11-029, New Zealand, 1991.
- [2] T.E. Ariceta, Infrared spectral emissivity studies on metals and materials for solar thermal power plants. Tesis doctoral, Universidad del País Vasco, ZTF-FCT (june 2016).
- [3] Y.M. Wang; H. Tian; D.L. Quan; L.X. Guo; J.H. Uoyang; Y. Zhou; D.C. Jia, Preparation, characterization and infrared emissivity properties of polymer derived coating formed on 304 steel. *Surface & coatings technology* 206 (2012) 3772-3776, ScienceDirect.
- [4] R. Siegel; J. Howell, *Thermal Radiation Heat Transfer*, 4thed. Taylor & Francis, 2002.
- [5] M.F. Modest, *Radiative Heat Transfer*, 3thed. Academic Press, (2013).
- [6] L. delCampo; R.B. Pérez-Sáez; M.J. Tello, New experimental device for infrared spectral directional emissivity measurements in a controlled environment. *Sci. Instrum.* 77, 113111 (2006).
- [7] L. delCampo; R.B. Pérez-Sáez; L. González-Fernández; M.J. Tello, Combined standard uncertainty in direct emissivity measurements. *Journal of applied physics* 107, 113510 (2010), DOI: 10.1063/1.3431541.
- [8] R.B. Pérez-Saéz; L. delCampo; M.J. Tello, Analysis of the accuracy of methods for the direct measurement of emissivity. *Int. J Thermophys* 29:1141-1155 (2008).
- [9] L. delCampo, Diseño, construcción y calibración de un radiómetro para medir emisividad espectral direccional. Aplicación a materiales de interés tecnológico. Tesis doctoral, Universidad del País Vasco, ZTF-FCT (abril 2007).
- [10] B. Wolfgang; A. Moldenhauer; O. Hansjochen, Thermal radiation properties of different metals. *Proc. Of SPIE Vol. 6205 62050E-2*, Universität Duisburg-Essen, DOI: 10.1117/12.683947.
- [11] T.K. Chu; C.Y. Ho, Thermal conductivity and electrical resistivity of eight selected AISI stainless steels. V.V.Mirkovich (ed.), *Thermal conductivity* 15 (1978), Purdue University, Indiana.
- [12] T. Mathiesen; J.E. Fransten, Corrosion aspects for stainless steel surfaces in the brewery, dairy and pharmaceutical sectors. *Force technology, NACE Corrosion*, paper 09577 (2009).
- [13] P. Fernández; A.M. Lancha; J. Lapeña; M. Serrano; M.H. Mayoral, Reduced activation ferritic/martensitic steel eurofer 97 as posible structural material for fusion devices, metallurgical characterization on as received condition and after simulated service conditions. *Informes Técnicos Ciemat* 1048 (2004) Departamento de fusión nuclear.
- [14] C.R. Roger; S.H. Yen; K.G. Ramanathan, Temperature variation of total hemispherical emissivity of stainless steel AISI 304. *J. Optical Society of America*, Vol. 69, No. 10, October 1979.

- [15] C.B. Azmeh; K.L. Walton; T.K. Ghosh; S.K. Loyalka; D.S. Viswanath; R.V. Tompson, Total hemispherical emissivity of grade 91 ferritic alloy with various Surface conditions. Nuclear Technology, Vol.195, 87-97 (july 2016), DOI: 10.13182/NT15-54.
- [16] W.S. Lau, Infrared Characterization for Microelectronics. World Scientific, (1999).
- [17] Chand-Da Wen, Investigation of steel emissivity behaviors: examination of multispectral radiation thermometry (MRT) emissivity models. International journal of heat and mass transfer 53 (2010) 2035-2043.
- [18] L. delCampo; R.B. Pérez-Sáez; M.J. Tello, Iron oxidation kinetics study by using infrared spectral emissivity measurements below 570°C. Corrosion Science 50 (2008) 194-199, ScienceDirect.
- [19] T. Echániz; R.B. Pérez-Sáez; M.J. Tello, IR radiometer sensitivity and accuracy improvement by eliminating spurious radiation for emissivity measurements on highly specular samples in the 2-25 μ m spectral range. Measurements 110 (2017) 22-26, ScienceDirect.
- [20] P. Wang; Z. Hu; Z. Xie; M. Yan, A new experimental apparatus for emissivity measurements of steel and the application of multi-wavelength thermometry to continuous casting billets. Review of Scientific Instruments 89, 054903 (2018), DOI: 10.1063/1.5007225.
- [21] F. Abe; H. Araki; T. Noda; M. Okada, Microstructure and toughness of Cr-W and Cr-V ferritic steels. Journal of nuclear materials 155-157 (1988) 656-661.
- [22] Inês Carvalho, Steels for nuclear reactors Eurofer 97. University of Aveiro, Portugal (2016), ISBN: 978-94-91909-40-5.
- [23] M. Rieth; M. Schirra; A. Falkenstein; P. Graf; S. Heger; H. Kempe; R. Lindau; H. Zimmermann, EUROFER 97 Tensile, charpy, creep and structural tests. Forschungszentrum Karlsruhe, FZKA 6911, ISSN 0947-8620.
- [24] Technical Specifications EUROFER Material Database F4E-(2008)-GRT-010 (PNS-MD).
- [25] URL: Mitutoyo, Ficha técnica (abril 2010).
www.mitutoyo.com.mx/Descargas/Boletines/BOLETIN%20ABRIL%202010.pdf
- [26] URL: Rugosidad superficial.
www3.fi.mdp.edu.ar/tecnologia/archivos/TecFab/10.pdf