(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 713 268**

(51) Int. Cl.:

G01B 11/06 (2006.01)
G01J 5/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.04.2005** **E 05447097 (6)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.12.2018** **EP 1593929**

(54) Título: **Procedimiento para la medición simultánea del grosor y de la temperatura de una capa de óxido**

(30) Prioridad:

03.05.2004 BE 200400220

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.05.2019

(73) Titular/es:

CENTRE DE RECHERCHES METALLURGIQUES ASBL - CENTRUM VOOR RESEARCH IN DE METALLURGIE VZW (100.0%)
Rue Ravenstein 4
1000 Bruxelles, BE

(72) Inventor/es:

FRANSSEN, ROGER;
SCHYNS, MARC y
BORDIGNON, MICHEL

(74) Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 713 268 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la medición simultánea del grosor y de la temperatura de una capa de óxido

Objeto de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para la medición simultánea de la temperatura y del grosor de una capa de óxido depositada sobre un sustrato en movimiento a gran velocidad, preferentemente una banda metálica caliente destinada a un tratamiento de galvanización por inmersión en caliente.

Técnica anterior y estado de la técnica

La oxidación controlada de una banda de acero seguida de la reducción de la capa de óxido puede mejorar sustancialmente la humectabilidad de los aceros de alta resistencia durante la galvanización por inmersión en caliente.

La etapa de oxidación se puede realizar en un horno de calentamiento tal como, por ejemplo, un horno de llama directa (*Direct Flame Furnace*, DFF), modificando la relación de los contenidos en aire y gas. Varios experimentos han mostrado que una capa de aproximadamente 150 a 250 nm de grosor es óptima para mejorar la humectabilidad de la banda de acero.

Para controlar el crecimiento de la capa de óxido, es necesario utilizar un sensor de medición del grosor montado después de la salida del horno DFF.

Por otro lado, la temperatura de la banda a la salida del horno de calentamiento debe también controlarse. Los métodos habituales de medición de temperatura para los productos en movimiento se basan en la pirometría de radiación.

Cuando se utilizan unos pirómetros mono-cromáticos, es necesario conocer la emisividad del producto. Cabe recordar que la emisividad de un cuerpo real es la relación de la emitancia espectral de este cuerpo real con la del cuerpo negro. La emitancia espectral es la densidad espectral de potencia irradiada en un hemisferio, a una longitud de onda dada, por unidad de superficie del emisor. La ley de Planck da la emitancia espectral de una fuente que es el cuerpo negro en función de la longitud de onda y la temperatura absoluta. La emisividad, inferior a uno para un cuerpo real, depende en particular de la naturaleza y del estado de superficie del cuerpo. La incertidumbre sobre los valores de la emisividad es una de las principales fuentes de error potenciales en pirometría óptica.

Así, desafortunadamente, la emisividad de una banda de acero oxidada está fuertemente influenciada por el grosor de la capa de óxido de la superficie de dicha banda. Por lo tanto, las mediciones efectuadas con este tipo de pirómetro se ven afectadas por errores importantes. La utilización de pirómetros de doble longitud de onda, o bicromáticos, no mejora la precisión de las mediciones. Incluso si la emisividad del producto no debe conocerse, en el caso de estos pirómetros, la relación de las emisividades a las dos longitudes de onda debe, por su parte, conocerse, y un error en la estimación de esta relación afecta también fuertemente la precisión de la medición de temperatura. Por lo tanto, importa conocer con precisión el grosor de la capa de óxido así como la ley de calibración que une la emisividad al grosor.

El estado de la técnica siguiente se conocía en el momento en el que se realizó la presente invención.

El documento JP-A-10 206125 propone un aparato simple para determinar, de manera no destructiva y sin contacto, el grosor de una capa de óxido generada en la superficie de una banda de acero durante la laminación en caliente. Este aparato comprende un espectroradiómetro infrarrojo que permite medir el factor de reflexión de la banda. El grosor de la capa de óxido está después calculado en base a la relación existente entre el factor de reflexión espectral y el grosor de la capa. El factor de reflexión (en inglés *reflectance*) es la relación entre el flujo reflejado y el flujo incidente para una radiación dada.

De manera simular, el documento JP-A-4 013910 propone un aparato para la medición automática y precisa del grosor de una película de óxido sobre una banda de acero a partir del factor de reflexión de la banda, utilizando una fuente de radiación infrarroja plana situada encima de la banda y un detector matricial de dos dimensiones.

Por otro lado, el documento JP-A-11 325839 propone un dispositivo para medir con precisión el grosor de una película de óxido formada en la superficie de una banda de acero que se desplaza a gran velocidad, utilizando la relación existente entre la emisividad de la superficie y el grosor de la película de óxido. Para este propósito, la radiación de la banda se capta por un pirómetro bicromático, utilizando una primera longitud de onda (2,5 a 10 μm) y una segunda longitud de onda (10 a 20 μm). Un equipamiento de cálculo permite obtener la relación entre el grosor de la película de óxido y las emisividades medidas a estas dos longitudes de onda. La temperatura de la banda se mide además por un termómetro de contacto, situado en el campo visual del pirómetro.

El documento JP-A-3 293504 divulga un aparato que permite recibir y tratar dos emisividades y una temperatura de un objeto específico. Para ello, se utiliza un pirómetro bicromático y un dispositivo que procede a la adquisición simultánea de las dos emisividades obtenidas a partir de las dos emitancias proporcionadas por el pirómetro y la temperatura. El grosor de la película de óxido se determina después y se muestra a partir de estos valores en un ordenador.

En el documento "Real time, in situ measurement of film thickness with Reflexion Supported Pyrometric Interferometry (RSPI) ", F.G. Boebel *et al.*, IEEE/SEMI Advanced Semiconducteur Manufacturing Conference (1994), p.311-315, se divulga la evaluación *in situ* y simultánea del grosor de capa y de temperatura con una instrumentación óptica y pirométrica, en el caso del control de depósitos de capas delgadas en la fabricación de componentes electrónicos. El grosor de capas se determina durante su crecimiento solamente por unas mediciones reflectométricas de intensidad normalizadas. Los grosores en función del tiempo se determinan mediante algoritmos de ajuste no lineales.

Objetivos de la invención

La presente invención tiene como objetivo proporcionar una solución al problema técnico planteado que supere de los inconvenientes del estado de la técnica conocido.

La invención tiene como objetivo proponer un procedimiento que permite el control del grosor y de la temperatura de una capa de óxido depositada sobre una banda de acero en movimiento a gran velocidad, para mejorar su humectabilidad en una etapa ulterior de galvanización por inmersión en caliente.

La invención tiene más precisamente como objetivo proponer un procedimiento basado en mediciones simultáneas del factor de reflexión espectral y de la radiación térmica.

La invención tiene también como objetivo determinar el grosor de la capa de óxido así como la temperatura del producto, a partir de las mediciones obtenidas.

Principales elementos característicos de la invención

Un primer objeto de la presente invención se refiere a un procedimiento para la medición sin contacto, simultánea y en tiempo real del grosor (e) y la temperatura (T) de una capa de óxido depositada sobre un sustrato metálico, preferentemente una banda de acero en movimiento destinada a un tratamiento ulterior de galvanización por inmersión en caliente.

Este procedimiento utiliza una instalación que comprende una fuente de luz que presenta un espectro esencialmente continuo que se extiende al menos desde una longitud de onda inferior (λ_1) a una longitud de onda superior (λ_2) y que forma, por medio de un primer medio óptico, preferentemente una lente, una pequeña mancha lumínica en la superficie del sustrato, un obturador posicionado entre la fuente de luz y el sustrato, un segundo medio óptico, preferentemente una lente, que forma la imagen de la superficie de dicha mancha sobre la ranura de entrada de un espsectrómetro óptico cuya gama de longitud de onda se extiende también de la longitud de onda inferior (λ_1) a la longitud de onda superior (λ_2).

Según el procedimiento de la invención, el grosor (e) de dicha capa de óxido se determina a partir del análisis del espectro de factor de reflexión R(λ) y la temperatura (T) se determina simultáneamente a partir de S1 (λ) y del grosor (e), en el que:

- R (λ) es el espectro de radiación reflejado sobre el sustrato revestido S3 (λ) dividido por el espectro de radiación incidente S0 (λ) de la fuente de luz, en el que S3 (λ) se obtiene el mismo sustrayendo el espectro S1 (λ) del espectro S2 (λ);

- S1 (λ) es el espectro de radiación intríseca del sustrato revestido, medido en una primera etapa mediante dicho espectrómetro, que funciona en este caso en modo pirómetro, cerrando el obturador en el camino óptico;

- S2 (λ) es el espectro del sustrato revestido medido en una segunda etapa mediante dicho espectrómetro, que funciona en este caso en modo pirómetro y reflexión, dejando dicho obturador abierto.

Siempre según la invención, se determina el grosor (e) de la capa de óxido a partir del análisis del espectro de factor de reflexión R (λ) de la siguiente manera:

- si el espectro de factor de reflexión R (λ), en la gama de trabajo del espectrómetro, es decir (λ_1, λ_2), presenta al menos un pico de interferencia detectable, ya sea un máximo o un mínimo, el grosor de la capa de óxido se deduce de la longitud de onda de estos picos mínimo (λ_{1m}, λ_{2m}, etc.) o máximo (λ_{1M}, λ_{2M}, etc.) a partir de las propiedades

ópticas, preferentemente el índice de refracción compleja, de la capa de óxido y del sustrato, estando el grosor de la capa de óxido comprendido entre dos valores e_1 y e_2;

- si no es detectable ningún pico en el intervalo espectral antes citado (λ_1, λ_2), se deduce que la capa es o bien demasiado delgada, es decir que tiene un grosor < e_1, o bien demasiado gruesa, es decir que tiene un grosor > e_2, para obtener unos picos de interferencia que aparecen en el intervalo espectral considerado, siendo la atenuación de la iluminación en la capa tal que, cuando esta capa es demasiado gruesa, ninguna interferencia significativa se produce, y se procede a la discriminación entre los dos casos basándose en la forma y la intensidad de la señal de factor de reflexión; preferentemente, se compara la intensidad de la señal de factor de reflexión [R (λ_3)], tomada a una tercera longitud de onda dada (λ_3), igual a o similar a la longitud de onda superior (λ_2) a un nivel de intensidad de referencia predeterminado obtenido por calibración (R_{ref}); en el caso en el que la señal de factor de reflexión es más pequeña que este nivel predeterminado [R (λ_3) < R_{ref}], se constata entonces que una capa de óxido muy gruesa, es decir de grosor superior al valor máximo e_2 está formada; en el caso contrario, se constata que se trata de una capa de óxido muy delgada, es decir de grosor inferior al valor mínimo e_1;

- todavía en este caso de figura en el que la capa de óxido se considera muy gruesa o muy delgada, se requiere el tratamiento complementario siguiente:

- para la capa muy delgada, el valor del grosor de la capa de óxido se determina a partir de la forma, preferentemente la pendiente, de la curva del factor de reflexión espectral R (λ);

- para la capa muy gruesa, no se obtiene ningún valor de grosor a partir de las mediciones del factor de reflexión espectral.

Según una modalidad de realización preferida de la invención, si el espectro de factor de reflexión R (λ), en la gama de trabajo del espectrómetro, es decir (λ_1, λ_2), presenta al menos un pico detectable, se calcula el grosor (e) de la capa de óxido mediante la fórmula siguiente:

$$e = \kappa.\lambda_e/4n,$$

en la que κ es el orden de aparición de los picos en el caso de un crecimiento progresivo de la capa de óxido (κ=1: 1º mínimo, κ=2: 1º máximo, κ=3: 2º mínimo, etc.), λ_e es la longitud de onda del pico considerado y n es el índice de refracción.

Ventajosamente, cuando existen varios extremos, el grosor (e) es el resultado del cálculo de la media aritmética de los grosores obtenidos por la expresión antes citada.

Todavía según una modalidad preferida de realización de la invención, en el caso en el que la capa de óxido es muy delgada, el grosor (e) se estima mediante una ecuación del tipo:

$$e = a_0 + a_1.\ln(Sl_1),$$

en la que a_0 y a_1 son unas constantes, o también del tipo:

$$e = a'_0 + a'_1.Sl_1 + a'_2.(Sl_1)^2,$$

en la que a'_0, a'_1 y a'_2 son unas constantes, designando Sl_1 una pendiente normalizada obtenida mediante la fórmula:

$$Sl_1 = [R(\lambda_a) - R(\lambda_b)] / [R(\lambda_a) + R(\lambda_b)],$$

En la que el factor de reflexión se mide a dos longitudes de onda distintas λ_a y λ_b juiciosamente seleccionadas experimentalmente.

Todavía en el ámbito de la presente invención, se mide y determina esencialmente de manera simultánea la temperatura (T) de la capa de óxido utilizando el método de pirometría monocromática, a una longitud de onda tan corta como sea posible (λ_g), preferentemente igual a o similar a la longitud de onda inferior (λ_1), en combinación con uno de los métodos siguientes, según el valor del grosor (e) de la capa de óxido:

- si el grosor (e) es más pequeño que un valor inferior de grosor (e_3), la emisividad de la capa de óxido se estima mediante una ecuación del tipo:

$$\varepsilon_{\lambda 4} = b_0 + b_1.e + b_2.e^2,$$

en la que b_0, b_1 y b_2 son unas constantes;

- si el grosor (e) es superior a dicho valor inferior (e_3) pero inferior a un valor superior de grosor (e_4; $e_3 < e_4$), la emisividad de la capa de óxido se estima de nuevo por una ecuación del tipo:

$$\varepsilon_{\lambda 4} = c_0 + c_1 . e + c_2 . e^2,$$

en la que c_0, c_1 y c_2 son unas constantes;

- si el grosor (e) es superior a dicho valor superior (e_4), la emisividad se estima mediante

$$\varepsilon_{\lambda 4} = d_0,$$

siendo d_0 una constante, y seleccionándose los límites de grosor (e_3 y e_4) antes citados para que e_3 corresponda al primer máximo de la emisividad a la longitud de onda λ_4 y e_4 corresponde aproximadamente al primer paso por el valor d_0 según el máximo de la curva de emisividad ($e_4 > e_3$).

Preferentemente, el sustrato metálico es una banda de acero en movimiento, que sufre una oxidación controlada, preferentemente en un horno de calentamiento, seguida de una reducción de la capa de óxido formada.

Un ejemplo de realización del procedimiento de la presente invención se refiere a una instalación para la realización del procedimiento de medición descrito anteriormente. Esta instalación comprende una fuente de luz que presenta un espectro esencialmente continuo que se extiende al menos desde una longitud de onda inferior (λ_1) a una longitud de onda superior (λ_2) y que forma, por medio de una lente, una pequeña mancha lumínica en la superficie del sustrato, un obturador posicionado entre la fuente de luz y el sustrato, una segunda lente que forma la imagen de la superficie de dicha mancha sobre la ranura de entrada de un espectrómetro óptico cuya gama de longitudes de onda se extiende al menos de la longitud de onda inferior (λ_1) a la longitud de onda superior (λ_2).

Ventajosamente, la instalación se conforma para que sólo se pueda utilizar una lente utilizar tanto para la iluminación como para la medición y se coloque a lo largo de un eje sustancialmente ortogonal a la superficie del sustrato.

Preferentemente, la gama de realización de longitudes de onda (λ_1, λ_2) del espectrómetro está comprendida en el intervalo de 200 a 2500 nm.

Según una primera modalidad de realización preferida, el espectrómetro es utilizable como aparato de medición del factor de reflexión espectral en la gama de longitudes de onda antes citada (λ_1, λ_2).

Según una segunda modalidad de realización preferida, el espectrómetro es utilizable como pirómetro monocromático en la gama de longitudes de onda antes citada (λ_1, λ_2), basándose en el espectro de radiación intrínseco del sustrato revestido.

De manera particularmente ventajosa, la instalación de la invención comprende una unidad de cálculo y de visualización simultánea de los valores de temperatura y de grosor de la capa de óxido.

Más ventajosamente, sin excluir un posicionamiento mucho más próximo del producto (por ejemplo 10-25 cm), la instalación puede estar dispuesta a al menos 1 metro de la superficie del sustrato. Esta característica resulta del hecho de que tanto la iluminación como la detección de la señal reflejada por el sustrato revestido se realizan según un cono de ángulo muy bajo. Así, la instalación de la invención se distingue de los dispositivos existentes que utilizan unos ángulos más grandes, tales como los que trabajan en iluminación o reflexión hemisférica, en que deben estar posicionados típicamente a distancia del sustrato inferior a una decena de centímetros.

La ventaja de la instalación será entonces de poder utilizar unos sitios ya previstos para los pirómetros ópticos evitando al mismo tiempo los problemas habituales de volumen, de enfriamiento, etc.

Breve descripción de las figuras

La figura 1 representa un ejemplo de espectro del factor de reflexión en función de la longitud de onda, R (λ) obtenido según el procedimiento de la presente invención, para diferentes grosores de la capa de óxido formada sobre el sustrato.

La figura 2 representa un ordinograma característico del procedimiento de medición del grosor de la capa de óxido, según la presente invención.

La figura 3 representa un ordinograma característico del procedimiento de medición de la temperatura, según la presente invención.

La figura 4 representa esquemáticamente la instalación para la realización del procedimiento de la invención.

Descripción de una forma de ejecución preferida de la invención

La instalación para la realización de la invención, ilustrada esquemáticamente en la figura 4, comprende una fuente de luz, tal como una lámpara 1, que forma, gracias a la utilización de una lente 2, una pequeña mancha lumínica a la superficie del producto 3, constituido de un sustrato 3a recubierto de una capa de óxido 3b. Un obturador 4 está colocado además entre la fuente de luz 1 y el producto 3. La fuente de luz debe cubrir una extensión espectral que corresponde al menos a la gama de longitudes de onda del espectrómetro definida a continuación (que va del UV al IR).

Una segunda lente 5 forma la imagen de la superficie de dicha mancha lumínica sobre la ranura de entrada 6 de un espectrómetro óptico 7 cuya gama de longitudes de onda se extiende de λ_1 a λ_2.

En una forma de ejecución preferida, se utilizará una única lente tanto para la iluminación como para la medición y se colocará a lo largo de un eje ortogonal a la superficie del producto, utilizando unas técnicas conocidas tales como, por ejemplo unas guías de luz ramificadas.

Las mediciones se efectúan según dos etapas principales:

- en primer lugar, el espectro de radiación intrínseco del producto se mide cerrando el obturador en el camino óptico. Un primer espectro S1 (λ) es entonces registrado mediante dicho espectrómetro;

- en una segunda etapa, el obturador está abierto y un segundo espectro S2 (λ) se registra.

Para extraer el espectro S3 (λ) que corresponde a la señal reflejada únicamente, el espectro de radiación S1 (λ) debe sustraerse del espectro S3 (λ). A continuación, el espectro R (λ) designará el espectro de reflexión normalizado, es decir referido a la radiación incidente sobre la banda S0 (λ), también denominado espectro del factor de reflexión (*reflectance*). Se obtiene por lo tanto:

$$R(\lambda) = S3(\lambda)/S0(\lambda).$$

Unos ejemplos de espectros R (λ) se ilustran en la figura 1.

Medición del grosor de la capa de óxido

Analizando R (λ), es posible obtener el grosor de la capa de óxido. En efecto, es bien conocido que durante la medición del factor de reflexión espectral de una capa delgada depositada sobre un sustrato, se puede observar una interferencia entre una primera reflexión al interfaz aire/capa y una segunda reflexión al interfaz capa/sustrato. El método de medición según la invención utiliza este perfil de interferencia espectral para calcular el grosor de la capa de óxido, como se describe a continuación. Conviene entonces tomar en consideración tres casos para el tratamiento de la señal, como se representa en la figura 2.

1. presencia de al menos un pico en el espectro del factor de reflexión R (λ)

Si el espectro del factor de reflexión R (λ), en la gama del espectrómetro (λ_1, λ_2) presenta al menos un pico detectable (máximo o mínimo), según el método general de la invención, el grosor e de la capa de óxido puede deducirse de la longitud de onda de estos picos (mínimo λ_{1m}, λ_{2m}, etc., o máxima λ_{1M}, λ_{2M}, etc.), si se conocen las propiedades ópticas (índice de refracción compleja) de la capa de óxido y del sustrato (para $e_1 < e < e_2$).

Los grosores extremos e_1 y e_2 dependen, para el primero, de la longitud de onda λ_1 y, para el segundo, del coeficiente de extinción del óxido formado y pueden conocerse a priori por calibración.

Según una modalidad preferida de la invención, el grosor e se obtiene por la fórmula (simplificada):

$$e = k.\lambda_e/4n,$$

en la que κ es el orden de aparición de los picos en el caso de un crecimiento progresivo de la capa de óxido (κ=1: 1º mínimo, κ=2: 1º máximo; κ=3: 2º mínimo, etc.), λ_e es la longitud de onda del pico considerado y *n* es el índice de refracción.

Cuando hay varios extremos, el grosor es el resultado del cálculo de la media aritmética de los grosores obtenidos por la expresión anterior.

El valor de κ se determina, según un método bien conocido por el experto en la materia, en función del número de extremos y de su distancia en la escala de las longitudes de onda.

Si ninguno de los picos es detectable en el intervalo espectral (λ_1, λ_2), la capa es demasiada delgada ($e < e_1$) o demasiada gruesa ($e > e_2$) para tener unos picos que aparezcan en el intervalo espectral considerado. En este último caso, la atenuación de la iluminación en la capa es tal que ninguna interferencia significativa se produce.

Para discriminar los dos casos, la intensidad y la forma de la señal del factor de reflexión se analizarán. Según un método particular de realización, la intensidad del factor de reflexión a una longitud de onda dada R (λ_3) (λ_3 igual o próximo a λ_2) debe compararse a un nivel de referencia R_{ref} obtenido por calibración. Si la señal del factor de reflexión es más pequeña que este nivel predeterminado, se forma una capa de óxido muy gruesa ($e < e_2$). Si no, se trata de una capa de óxido muy delgada ($e < e_1$). Se requiere entonces un tratamiento complementario.

2. Ausencia de pico – capa de óxido muy delgada $e < e_1$

Según el método general de la invención, en el caso de una capa muy delgada de grosor inferior a e_1, el grosor de la capa se estimará a partir de la medición de la forma de la curva espectral del factor de reflexión.

Según una modalidad preferida, se calcula una pendiente normalizada por la fórmula:

$$Sl_1 = [R(\lambda_a) - R(\lambda_b)] / [R(\lambda_a) + R(\lambda_b)],$$

en la que el factor de reflexión se mide a dos longitudes de onda distintas λ_a y λ_b, juiciosamente seleccionadas experimentalmente.

El grosor e se estima entonces por una ecuación del tipo:

$$e = a_0 + a_1 . \ln(Sl_1),$$

en la que a_0 y a_1 son unas constantes, o también del tipo:

$$e = a'_0 + a'_1 . Sl_1 + a'_2 . (Sl_1)^2,$$

en la que a'_0, a'_1 y a'_2 son unas constantes.

3. Ausencia de pico – capa de óxido muy gruesa $e > e_2$

En el caso de una capa demasiado gruesa, no es posible determinar su grosor a partir de las mediciones del factor de reflexión espectral.

Medición de la temperatura

La medición de la temperatura se basa en el método de pirometría monocromática. La emisividad se estima a partir de la medición del grosor e de la capa de óxido. La longitud de onda λ_4 se selecciona tan corta como sea posible (λ_4 igual a o similar a λ_1) para minimizar la influencia de un error de estimación de la emisividad sobre la medición de la temperatura, pero suficientemente elevada para conservar una relación señal/ruido suficiente para ser explotable.

Se utilizan diferentes métodos, como se representa en la figura 3, según el grosor e de la capa de óxido, para minimizar precisamente los errores de medición:

- si el grosor e es más pequeño que e_3, la emisividad se estima por una ecuación de tipo:

$$\varepsilon_{\lambda 4} = b_0 + b_1 . e + b_2 . e^2,$$

en la que b_0, b_1 y b_2 son unas constantes (tratamiento 1 en la figura 3);

- si el grosor e es superior a e_3 pero inferior a e_4 ($e_3 < e_4$), se estima de nuevo la emisividad mediante una ecuación del tipo:

$$\varepsilon_{\lambda 4} = c_0 + c_1 . e + c_2 . e^2,$$

en la que c_0, c_1 y c_2 son unas constantes (tratamiento 2 en la figura 3);

- si el grosor e es superior a e_4, la emisividad se estima mediante:

$$\varepsilon_{\lambda 4} = d_0,$$

siendo d_0 una constante (tratamiento 3 en la figura 3).

Los límites e_3 y e_4 se seleccionan juiciosamente: e_3 corresponde al primer máximo de la emisividad a la longitud de onda λ_4 seleccionada y e_4 corresponde aproximadamente al primer paso por el valor d_0 siguiendo el máximo de la curva de emisividad ($e_4 > e_3$).

Ejemplo

Para una capa de óxido FeO de 0-300 nm de grosor, se fijarán los parámetros a los valores siguientes:

- espectrómetro: λ_1 = 450 nm, λ_2 = 1650 nm ;

- medición de grosor: R_{ref} = 2000 (valor indicativo, dependiendo de los parámetros del sistema), λ_3 = 1650 nm, λ_a = 950 nm, λ_b = 800 nm y n = 2,4 ;

- medición de temperatura: λ_4 = 900 nm, e_3 = 80 nm y e_4 = 160 nm.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la medición sin contacto, simultánea y en tiempo real del grosor (e) y de la temperatura (T) de una capa de óxido depositada sobre un sustrato metálico, preferentemente una banda de acero en movimiento destinada a un tratamiento ulterior de galvanización por inmersión en caliente, utilizando una instalación que comprende una fuente de luz (1) que forma, por medio de un primer medio óptico (2), preferentemente una lente, una pequeña mancha luminosa en la superficie (3) del sustrato, un obturador (4) posicionado entre la fuente de luz y el sustrato, un segundo medio óptico (5), preferentemente una lente, que forma la imagen de la superficie de dicha mancha sobre la ranura de entrada (6) de un espectrómetro óptico (7), presentando la fuente de luz (1) utilizada un espectro esencialmente continuo que se extiende al menos desde una longitud de onda inferior (λ_1) a una longitud de onda superior (λ_2), teniendo el espectrómetro óptico (7) una gama de trabajo de longitudes de onda (λ_1, λ_2) comprendida entre 200 nm y 2500 nm y preferentemente entre 450 nm y 1650 nm, que comprende las etapas sucesivas siguientes:

- en una primera etapa, se cierra el obturador (4) en el camino óptico y se mide el espectro de radiación intrínseco del sustrato revestido S1(λ), mediante dicho espectrómetro (7) que funciona en este caso en modo pirómetro;

- en una segunda etapa, se deja el obturador (4) abierto y se mide el espectro del sustrato revestido S2(λ) mediante dicho espectrómetro (7), que funciona en este caso en modo pirómetro y reflexión;

- se determina el espectro del factor de reflexión R(λ) definido como la relación del espectro de radiación reflejado sobre el sustrato revestido, S3(λ), por el espectro de radiación incidente S0(λ) de la fuente de luz (1), en la que S3(λ) está el mismo obtenido sustrayendo el espectro S1(λ) del espectro S2(λ);

- se determina el grosor (e) de dicha capa de óxido a partir del análisis del espectro del factor de reflexión R de la siguiente manera:

- si el espectro del factor de reflexión R(λ), en la gama de trabajo del espectrómetro, es decir (λ_1, λ_2), presenta al menos un pico de interferencia detectable, ya sea un máximo o un mínimo, el grosor de la capa de óxido se deduce de la longitud de onda de estos picos mínimo (λ_{1m}, λ_{2m}, etc.) o máximo (λ_{1M}, λ_{2M}, etc.) a partir de las propiedades ópticas, preferentemente el índice de refracción complejo, de la capa de óxido y del sustrato, estando el grosor de la capa de óxido comprendido entre dos valores extremos e_1 y e_2, dependiendo e_1 de λ_1 y dependiendo e_2 del coeficiente de extinción del óxido formado e_1 y determinándose e_2 a priori por calibración;

- si ningún pico es detectable en el intervalo espectral antes citado (λ_1, λ_2), se deduce que la capa es demasiado delgada, es decir un grosor < e_1, o bien demasiado grueso, es decir un grosor > e_2, para obtener unos picos de interferencia que aparecen en el intervalo espectral considerado, siendo la atenuación de la iluminación en la capa tal que, cuando esta capa es demasiado gruesa, no se produce ninguna interferencia significativa, y se procede a la discriminación entre los dos casos basándose en la forma y la intensidad de la señal del factor de reflexión R(λ);

- todavía en este caso de figura en la que la capa de óxido se denomina muy gruesa o muy delgada, se requiere el tratamiento complementario siguiente:

para la capa muy delgada, el valor del grosor de la capa de óxido se determina a partir de la forma, preferentemente de la pendiente, de la curva del factor de reflexión espectral R(λ) ;

para la capa muy gruesa, no se obtiene ningún valor de grosor a partir de las mediciones de reflexión espectral;

- se determina la temperatura (T) a partir de S1(λ) y del grosor (e).

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que, si el espectro del factor de reflexión R(λ), en el intervalo operativo del espectrómetro, es decir (λ1, λ2), presenta al menos un pico detectable, se calcula el grosor (e) de la capa de óxido por la fórmula siguiente:

$$e = k.\lambda_e/4n,$$

en la que κ es el orden de aparición de los picos en el caso de un crecimiento progresivo de la capa de óxido (κ=1: 1º mínimo, κ=2: 1º máximo; κ=3: 2º mínimo, etc.), λ_e es la longitud de onda del pico considerado y n es el índice de refracción.

3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por que, cuando existen varios extremos, el grosor (e) es el resultado del cálculo de la media aritmética de los grosores obtenidos por la expresión antes citada.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que, en el caso en el que ningún pico es detectable en el intervalo espectral antes citado ($\lambda 1$, $\lambda 2$), se compara la intensidad de la señal de factor de reflexión [R($\lambda 3$)], tomada a una tercera longitud de onda dada ($\lambda 3$), igual a o similar a la longitud de onda superior ($\lambda 2$), a un nivel de intensidad de referencia predeterminado obtenido por calibración (Rref); por que, en el caso en el que la señal de factor de reflexión es más pequeña que este nivel predeterminado [R($\lambda 3$) < Rref], se constata entonces que se forma una capa de óxido muy gruesa, es decir de grosor superior a un valor máximo (e2); y por que en el caso contrario, se constata que se trata de una capa de óxido muy delgada, es decir de grosor inferior a un valor mínimo (e1).

5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que, en el caso en el que la capa de óxido es muy delgada, el grosor (e) se estima mediante una ecuación de tipo:

$$e = a_0 + a_1.\ln(SI_1),$$

en la que a_0 y a_1 son unas constantes, o también del tipo:

$$e = a'_0 + a'_1.SI_1 + a'_2.(SI_1)^2,$$

en la que a'_0, a'_1 y a'_2 son unas constantes, designando SI_1 una pendiente normalizada obtenida por la fórmula:

$$SI_1 = [R(\lambda_a)-R(\lambda_b)]/[R(\lambda_a)+R(\lambda_b)],$$

en la que el factor de reflexión se mide a dos longitudes de onda distintas λ_a y λ_b juiciosamente seleccionadas experimentalmente.

6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que se mide y se determina esencialmente de manera simultánea la temperatura (T) de la capa de óxido utilizando el método de pirometría monocromática, a una longitud de onda tan corta como sea posible (λ_4), igual a o similar a la longitud de onda inferior (λ_1), en combinación con uno de los métodos siguientes, según el valor de grosor (e) de la capa de óxido:

- si el grosor (e) es más pequeño que un valor inferior de grosor (e_3), la emisividad de la capa de óxido se estima mediante una ecuación de tipo:

$$\varepsilon_{\lambda 4} = b_0 + b_1.e + b_2.e^2,$$

en la que b_0, b_1 y b_2 son unas constantes;

- si el grosor (e) es superior a dicho valor inferior (e_3) pero inferior a un valor superior de grosor (e_4; $e_3 < e_4$), la emisividad de la capa de óxido está de nuevo estimada por una ecuación del tipo:

$$\varepsilon_{\lambda 4} = c_0 + c_1.e + c_2.e^2,$$

en la que c_0, c_1 y c_2 son unas constantes;

- si el grosor (e) es superior a dicho valor superior (e_4), la emisividad se estima mediante

$$\varepsilon_{\lambda 4} = d_0,$$

siendo d_0 una constante, y siendo los límites de grosor antes citados (e_3, e_4) seleccionados para que e_3 corresponda al primera máximo de la emisividad a la longitud de onda λ_4 y e_4 corresponda aproximadamente al primer paso por el valor d_0 siguiendo el máximo de la curva de emisividad ($e_4 > e_3$).

7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el sustrato metálico es una banda de acero en movimiento que sufre una oxidación controlada, preferentemente en un horno de calentamiento, seguida de una reducción de la capa de óxido formada.

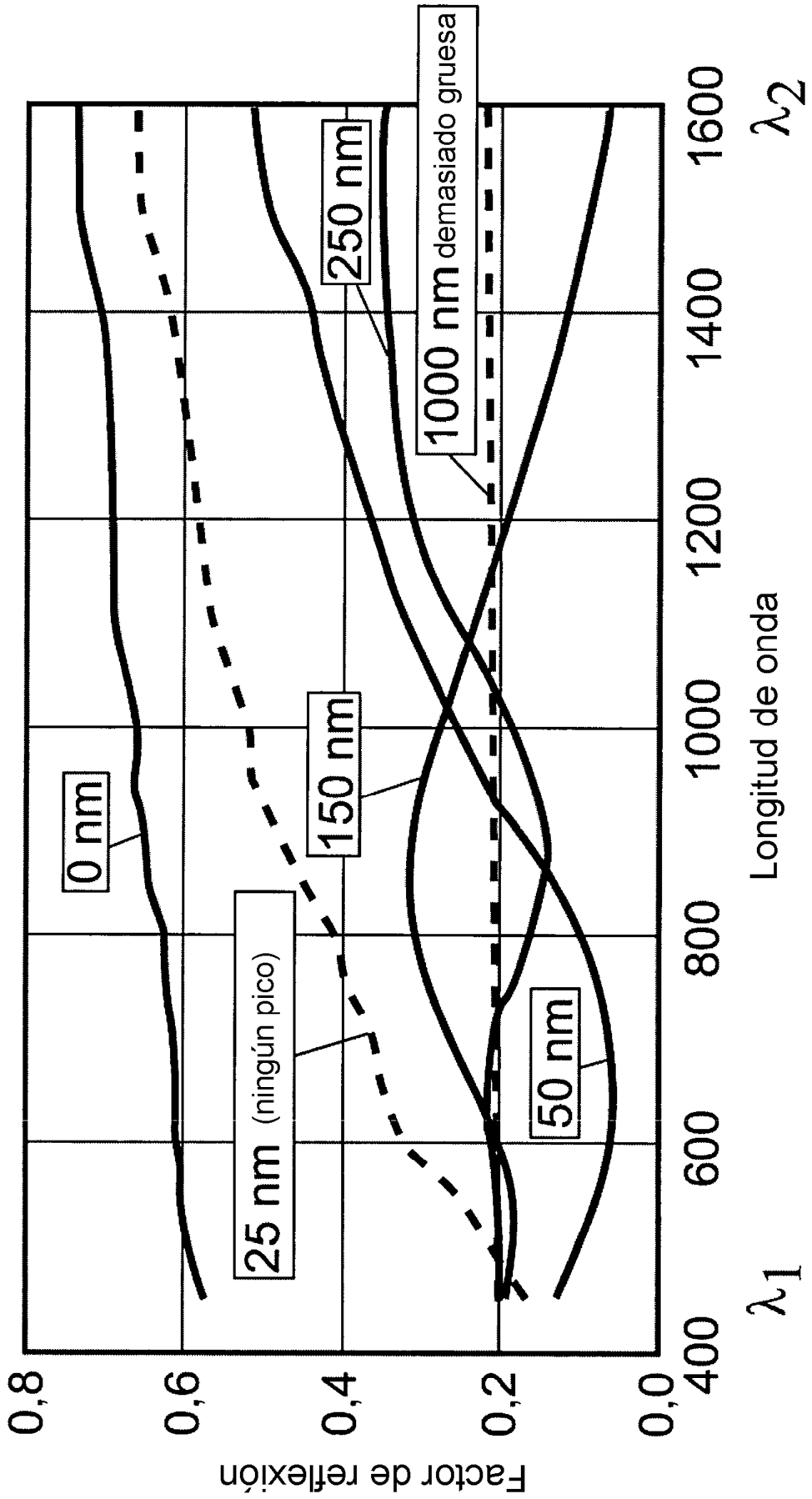
0,8
0,6
0,4
0,2
0,0
Factor de reflexión
400
600
800
1000
1200
1400
1600
Longitud de onda
λ1
λ2
0 nm
25 nm (ningún pico)
150 nm
250 nm
1000 nm demasiado gruesa
50 nm

Fig.1

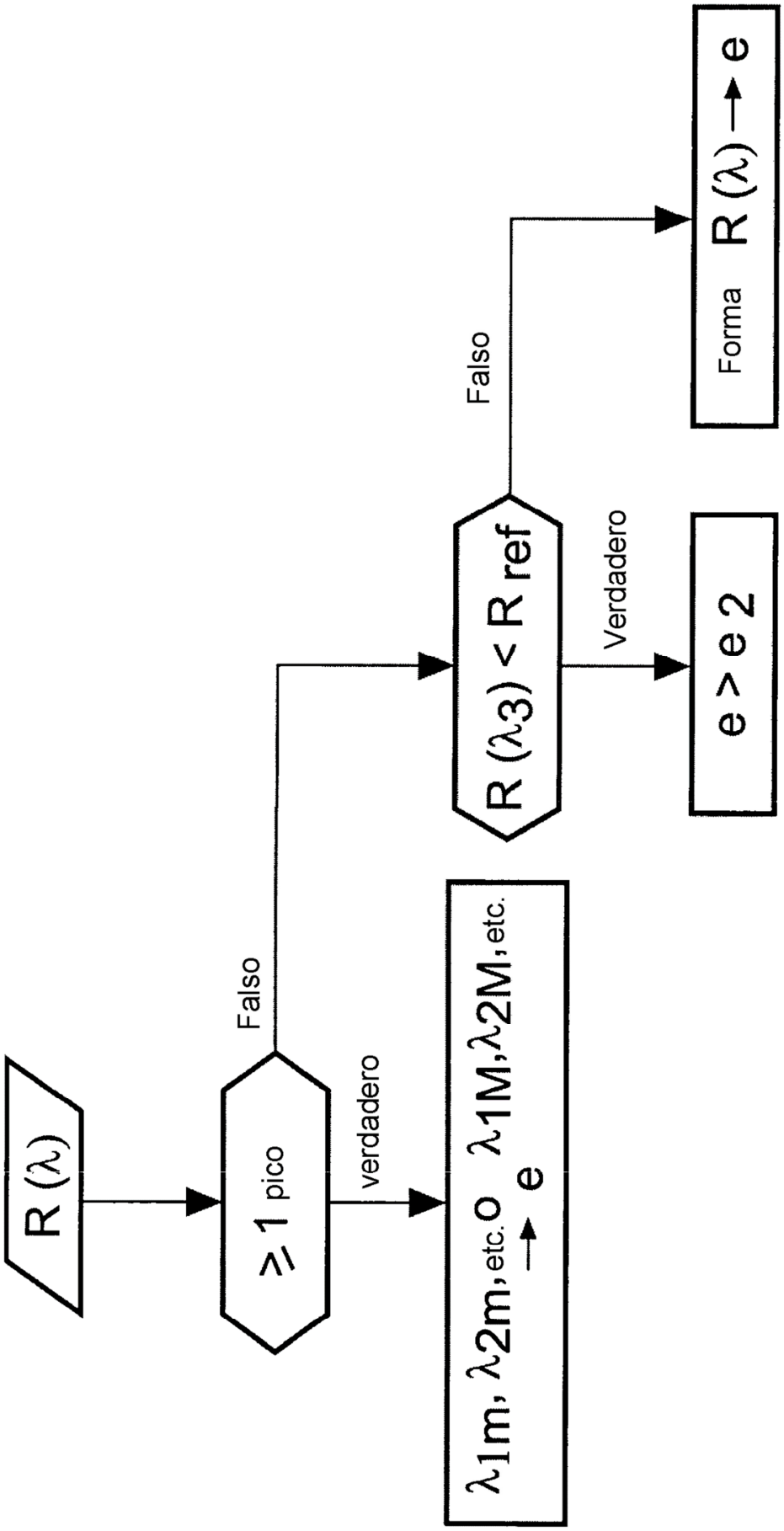
R (λ)
≥ 1 pico
Falso
verdadero
λ1m, λ2m, etc. o λ1M, λ2M, etc.
→ e
R (λ3) < R ref
Falso
Verdadero
e > e 2
Forma R (λ) → e

Fig. 2

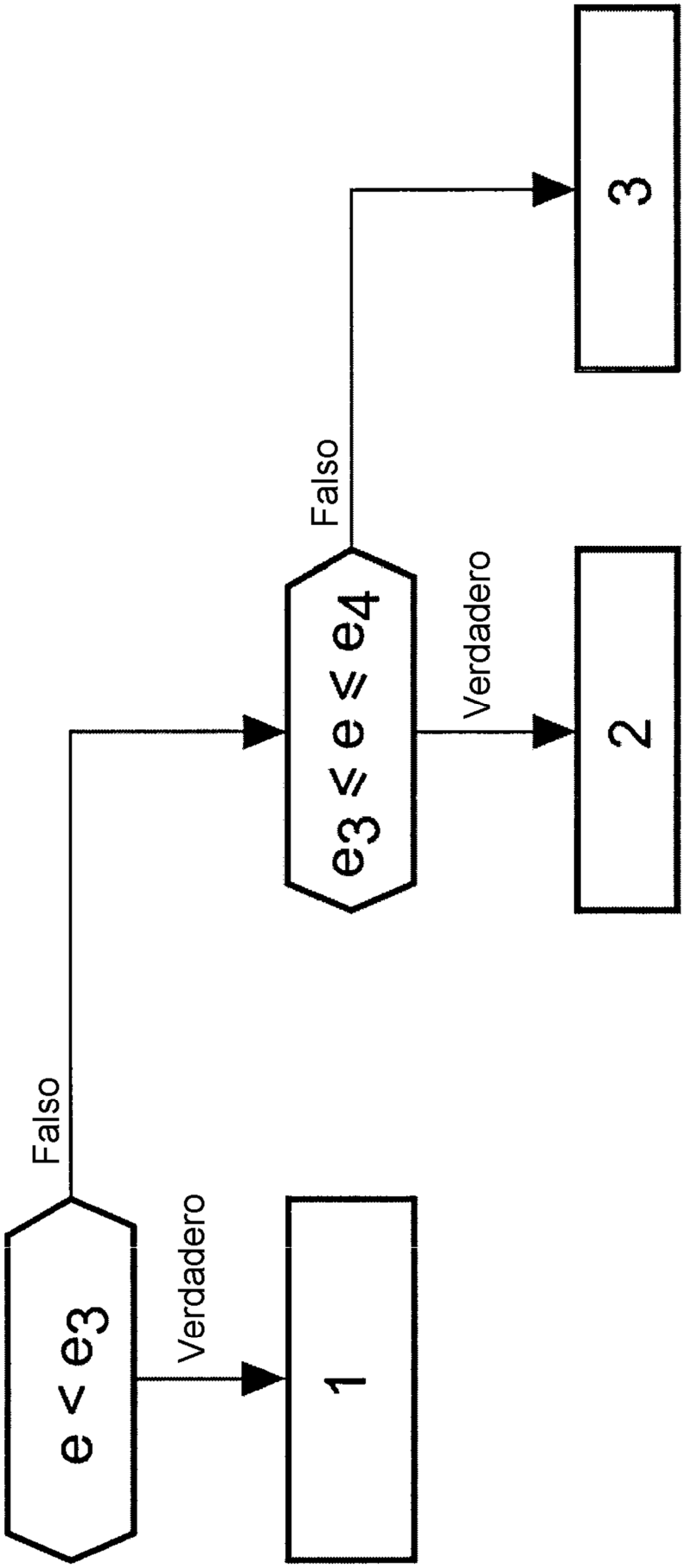

Fig. 3

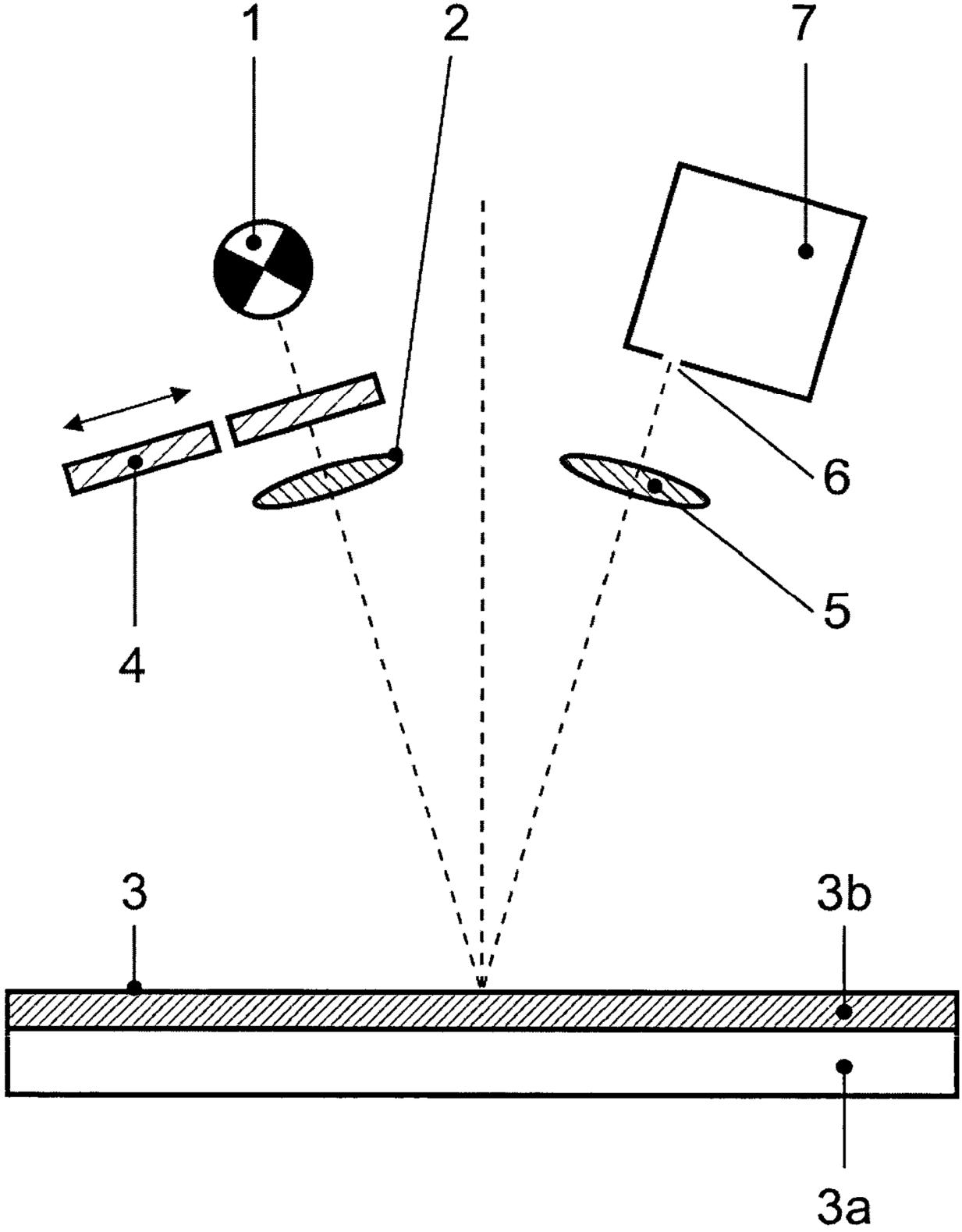

Fig. 4