



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

UNIDAD IZTAPALAPA

DIVISIÓN DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA

POSGRADO EN CIENCIAS (ENERGÍA Y MEDIO AMBIENTE)

**“DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN HORNO ELÉCTRICO PARA LA EVALUACIÓN DE
COMPUESTOS TERMOQUÍMICOS PARA EL ALMACENAMIENTO DE LA ENERGÍA SOLAR
CON ÓXIDOS Y CARBONATOS”**

TESIS

PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS (ENERGÍA Y MEDIO AMBIENTE)

PRESENTA: ALEXIS RIOS VILLANUEVA

MATRÍCULA 2213801062

CORREO ELECTRÓNICO: alexisriosvillanueva@gmail.com

DIRECTOR: DR. HERNANDO ROMERO PAREDES RUBIO

JURADO:

PRESIDENTE: DR. JOSÉ ÁNGEL DÁVILA GÓMEZ

SECRETARIO: DR. RUBÉN JOSÉ DORANTES RODRÍGUEZ

VOCAL: DR. LUIS ÁNGEL SANTAMARÍA PADILLA

IZTAPALAPA, CIUDAD DE MÉXICO, 24 DE OCTUBRE DE 2025.

Agradecimientos

La Maestría en Ciencias (Energía y Medio Ambiente) de la Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa, pertenece al Padrón Nacional de Posgrados de Calidad del CONAHCyT y cuenta con apoyo del mismo Consejo con el convenio 003893; por lo que agradece la beca recibida, a través del convenio 2021-000018-02NACF-27052 para el desarrollo de esta tesis. Esta tesis fue desarrollada con nombre de proyecto “Diseño y construcción de un horno eléctrico para la evaluación de compuestos termoquímicos para el almacenamiento de la energía solar con óxidos y carbonatos”. Asesorado por el Dr. Hernando Romero Paredes Rubio.

Agradecimientos personales

Agradezco a toda mi familia y principalmente a mi madre por el apoyo incondicional que se me ha brindado en cada proyecto que deseo realizar, sin duda alguna, es un esfuerzo familiar que se ha logrado debido a la confianza que tienen en mí.

Agradezco al Dr. Alejandro Raymundo Pérez Ricárdez de la UAM-Azcapotzalco por todos sus consejos, asesorías y recomendaciones bibliográficas para lograr cumplir los objetivos de este trabajo de tesis. Su apoyo incondicional y sobre todo por considerarme parte de su familia después de mucho tiempo trabajando juntos.

Agradezco al Dr. José Ángel Dávila Gómez de la UAM-Azcapotzalco que desde licenciatura impacto de manera positiva en mi trayectoria profesional, por el apoyo incondicional, la confianza y sobre todo por todos los proyectos a los cuales me ha incluido a nivel nacional e internacional con instancias totalmente pagadas.

Sin duda alguna, debo agradecer con un fuerte y cálido abrazo a mi estimado y querido amigo Luis Antonio Guzmán Flores por dedicar parte de su tiempo de maestría en darme seminarios de electricidad, electrónica, por enseñarme las cosas básicas de control y sobre todo por apoyarme en el diseño y construcción del sistema de control de mi horno eléctrico. Por acompañarme en muchas de las actividades que realicé en la tesis y por ser una persona directa y transparente con sus pensamientos y actitudes. Por nunca dejarme solo a pesar de no ser su obligación y apoyarme incluso poniendo de lado sus actividades personales, escolares o laborales... MUCHAS GRACIAS AMIGO LUIS ANTONIO GUZMÁN FLORES.

Agradezco al Dr. Juan Daniel Macias porque desde que lo conocí fue la persona más real y leal que conocí en la UAM-Iztapalapa, un entusiasmo característico que siempre me hizo sonreír y carcajear, su apoyo incondicional sin necesidad de solicitarlo fue vital en muchas cosas que se desarrollaron en la tesis. Sus ideas, bromas, datos curiosos, experiencias, consejos, chistes, asesoría y acompañamiento en el último año de la tesis contribuyeron a darme una mejor reflexión sobre la investigación. Aprendí demasiado de su experiencia, me disté demasiados puntos de vista que mi joven visión tardaba ver pero que reforzaban cada paso personal, técnico o experimental. MUCHAS GRACIAS AMIGO JUAN DANIEL MACIAS...Recuerda que nunca olvido.

Agradezco al Dr. Hernando Romero Paredes Rubio por el trabajo de tesis proporcionado, por firmar cada reporte de CONAHCyT y por las asesorías que en su momento me proporcionó. Por darme la oportunidad y confianza de ser ayudante de sus alumnos de licenciatura, así como también por todo el conocimiento proporcionado el primer año académico. Por ser mi asesor y por sus invaluable críticas que contribuyeron a superarme día a día; sin duda alguna una motivación para ser mejor, MUCHAS GRACIAS ESTIMADO Dr. HERNANDO ROMERO PAREDES RUBIO.

ÍNDICE

Índice de figuras	5
Índice de tablas.....	7
Nomenclatura.....	8
Unidades utilizadas	8
Subíndices	8
Lista de abreviaciones.....	9
1. Resumen.....	11
2. Introducción	12
3. Estado del Arte	18
3.1 Sistema de Calentamiento de reactores Tubulares.	18
3.2 Sistemas de almacenamiento Termoquímico.	20
4. Justificación	23
5. Preguntas de investigación.....	25
6. Objetivo general	25
6.1 Objetivos específicos	25
7. Métodos y Materiales.....	26
7.1 Diseño del horno eléctrico	26
7.1.1 Cálculo de la resistencia para la potencia deseada.	26
7.1.2 Construcción de la resistencia eléctrica.	27
7.1.3 Construcción del horno eléctrico.	27
7.1.4 Ubicación e instalación de los sensores de temperatura.....	28
7.2 Diseño del sistema de control.	29
7.2.1 Materiales para el sistema de control.....	29
7.2.2 Diseño del sistema de control.	30
7.3 Materiales y metodología para las experiencias con reacción química.....	31
7.3.1 Materiales y reactivos	31
7.3.2 Proceso a estudiar	31
7.3.3 Método experimental.....	31
8. Resultados	36

8.1	Horno eléctrico	36
8.1.1	Caracterización térmica del horno eléctrico	36
8.1.2	Transferencia de calor desde la fuente hacia el interior del horno.	36
8.1.3	Transferencia de calor desde la fuente hacia el exterior del horno.	43
8.1.4	Diseño y construcción del sistema de enfriamiento.	47
8.1.5	Modelado del horno.	47
8.1.6	Análisis térmico axial para determinar la longitud del tubo de acero.	50
8.2	Implementación y análisis del sistema de control.	52
8.2.1	Pruebas de verificación PID	52
8.2.2	Pruebas del sistema de enfriamiento.....	56
8.2.3	Control a diferentes tasas de calentamiento	58
8.3	Análisis preliminar del horno con compuestos químicos.....	63
8.3.1	Análisis e interpretación de resultados	63
9.	Conclusiones.....	65
10.	Trabajo a futuro.....	66
11.	Referencias	67
Apéndice 1	71
	Diseño de cabezales y fichas técnicas.....	71
1.	Tubo de alúmina	71
2.	Cabezales para tubo de alúmina	72
3.	Ensamble de Tubo de alúmina con cabezales para tubo de alúmina	74
4.	Tubo de acero.....	74
5.	Cabezales para tubo de acero	75
6.	Ensamble de Tubo de acero con cabezales para tubo de acero	78
7.	Ensamble del sistema total.....	78
8.	Explosionado de ensamble para formar un cabezal	79
Apéndice 2	83
	código de programación en Arduino	83
Apéndice 3	87
	Cálculo del gas necesario para suministro de cada reacción.	87

Índice de figuras

Figura 1. Índice de temperatura global tierra-océano; Extraída de Skeptical Science (2023).	12
Figura 2. Temperatura superficial global de izquierda a derecha: 1884, 1984 y 2021. Extraído de Nasa & Giss (2022).	12
Figura 3. Principio de una reacción reversible termoquímica para AET; extraído de André et al. (2016).	15
Figura 4. Publicaciones de almacenamiento termoquímico de energía, extraído de Wu et al. (2018).	16
Figura 5. Comparación de tecnologías para el AET, extraído de Yan et al. (2020).	16
Figura 6. Comparación de diferentes sistemas solido-gas de ATQ; extraído de Yan et al (2020).	17
Figura 7. Disociación de la molécula de agua, HSC Chemistry 6.	17
Figura 8. Proceso de creación de la resistencia eléctrica.	27
Figura 9. Construcción del horno, aislamiento que evita un corto circuito	28
Figura 10. Posición de termopares en el horno eléctrico.	29
Figura 11. Diagrama de bloques de un control PID.	30
Figura 12. a) Crisol de alúmina b) Crisol con tapa de alúmina c) Crisol en mufla a 1000 °C.	32
Figura 13. Esquema de los tubos concéntricos y el elemento calefactor.	37
Figura 14. Comportamiento térmico desde el elemento calefactor hacia el interior.	41
Figura 15. Temperatura en la pared interna del tubo de acero vs convención forzada (h_{CO_2}).	43
Figura 16. Aislante colcha de alúmina.	43
Figura 17. Esquema para determinar el espesor de aislamiento.	44
Figura 18. Esquema para determinar la posición del sistema de enfriamiento.	48
Figura 19. Perfil de temperatura desde la fuente de calor hacia el exterior (4 capas de colcha de alúmina).	50
Figura 20. a) Tubería de cobre flexible de $\frac{1}{4}$ in. b) Serpentin instalado.	50
Figura 21. Parámetros para determinar la longitud del tubo de acero.	51
Figura 22. Perfil de temperatura del tubo de acero.	51
Figura 23. Perfil de velocidad y temperatura del Dióxido de Carbono para el tubo de acero.	52
Figura 24. Sistema de refrigeración, sistema de control y suministro de gases.	52
Figura 25. Imagen en tiempo real del sistema global	53
Figura 26. Comportamiento del sistema de control y el termopar sobre la fuente de calor.	54
Figura 27. Ampliación de la curva de calentamiento y de la potencia eléctrica utilizada. ...	55
Figura 28. Proceso isotérmico	55

Figura 29. Ampliación de la curva de calentamiento en el proceso isotérmico.	56
Figura 30. Curva de enfriamiento, fluido refrigerante a 3 °C.	57
Figura 31. Enfriamiento del horno con fluido refrigerante a 3°C y 10 °C.	58
Figura 32. Tasas de calentamiento.	60
Figura 33. Acercamiento de tasas de calentamiento, $dT/dt > 0 \in [T_0, 200 \text{ °C}]$	60
Figura 34. Acercamiento del proceso isotérmico.	61
Figura 35. Acercamiento de tasas de calentamiento con diferentes velocidades de muestreo, $dT/dt > 0 \in [T_0, 200 \text{ °C}]$	61
Figura 36. Tasas del proceso isotérmico con diferentes velocidades de muestreo.	62
Figura 37. Curvas de enfriamiento para las diferentes tasas de calentamiento, $dT/dt < 0 \in [1006.75 \text{ °C}, 200 \text{ °C}]$	62
Figura 38. Comportamiento térmico del horno para el experimento B.	64
Figura 39. Comportamiento térmico del horno para el experimento C.	65
Figura 40. Simulación de tubo de alúmina.	71
Figura 41. Pieza A1 de Latón para tubo de alúmina.	72
Figura 42. Pieza “B1” de acero que ensambla con pieza “A1”.	72
Figura 43. Pieza “C1” de latón que ensambla con tubo de alúmina.	73
Figura 44. Pieza “D1” que ensambla con la pieza “C1”.	73
Figura 45. Ensamble de los cabezales con el tubo de alúmina.	74
Figura 46. Simulación de tubo de acero.	74
Figura 47. Pieza “A2” de Latón para tubo de acero.	75
Figura 48. Pieza “B2” de acero que ensambla con pieza “A2”.	75
Figura 49. Pieza “C2” de latón que ensambla con tubo de acero.	76
Figura 50. Pieza “D2” que ensambla con la pieza “C2”.	76
Figura 51. Tapa 1 que aísla herméticamente al sistema del exterior.	77
Figura 52. Tapa 2 que aísla herméticamente al sistema del exterior.	77
Figura 53. Ensamble de los cabezales con el tubo de acero.	78
Figura 54. Ensamblé total de los cabezales con el tubo de alúmina y el tubo de acero.	78
Figura 55. Piezas sin ensamblar en el tubo.	79
Figura 56. Pre-ensamble del tubo con la pieza B.	79
Figura 57. Ensamble del tubo con la pieza B.	80
Figura 58. Ensamble de la pieza C con la pieza B.	80
Figura 59. Ensamble de la pieza D con la pieza E.	81
Figura 60. Ensamble de las piezas B, C, D y E.	81
Figura 61. Ensamble de todas las piezas para formar un cabezal.	82

Índice de tablas

Tabla 1. Dimensiones y propiedades del alambre de Kanthal (25% Cr, 5% Al, 70% Fe).	26
Tabla 2. Longitud del alambre de Kanthal para una potencia de 2 KW.	26
Tabla 3. Dimensiones y propiedades del tubo de alúmina.	27
Tabla 4. Dimensiones y propiedades del tubo de acero.	28
Tabla 5. Propiedades térmicas del Latón.	28
Tabla 6. Características de termopar tipo K.	28
Tabla 7. Características de los compuestos químicos utilizados.	31
Tabla 8. Resumen del experimento A – 1 ciclo completo.	33
Tabla 9. Resumen del experimento B – 4 ciclos completos.	34
Tabla 10. Resumen del experimento C – 4 ciclos completos.	35
Tabla 11. Temperaturas en función del radio desde la fuente de calor hacia el interior del horno.	41
Tabla 12. Comportamiento térmico en función del coeficiente de transferencia de calor por convección forzada del CO ₂	42
Tabla 13. Serpentin de cobre para sistema de enfriamiento.	47
Tabla 14. Comportamiento térmico a lo largo del aislamiento colcha de alúmina.	49
Tabla 15. Prueba de las constantes de control PID (K_p , K_i y K_d).	53
Tabla 16. Error de control en el proceso isotérmico.	57
Tabla 17. Condiciones experimentales y resultados para las tasas de calentamiento.	59
Tabla 18. Masa de los compuestos químicos, “experimento A” - 1 ciclo.	63
Tabla 19. Masa de los compuestos químicos, “experimento B” - 4 ciclos.	63
Tabla 20. Masa de los compuestos químicos, “experimento C” - 4 ciclos completos.	64

Nomenclatura

Unidades utilizadas

dT/dt	Cambio de temperatura respecto al tiempo; [°C/min],
k	Constante de control; [-]
L	Litros; [L],
l	Longitud; [m],
P_e	Potencia eléctrica; [kW],
T	Temperatura; [°C],
t	tiempo; [min],
V	Voltaje; [V],
V	Volumen; [m ³]
α	Difusividad térmica; [m ² /s],
γ	coeficiente de expansión térmica lineal; [1/k],
ε	Emisividad,
I	Corriente eléctrica; [A],
κ	Conductividad térmica; [W/m K],
ρ	Densidad; [kg/m ³],
τ_s	Espesor; [m],
ν	Viscosidad cinemática; [m ² /s],

Subíndices

0	estado de referencia
amb	ambiente
CO ₂	Dióxido de carbono
d	diferencial
e	eléctrica

Ebu	ebullición
ext	externo
f	final
F	fusión
i	inicial
<i>i</i>	integral
Lam	Laminar
Max	máximo
N ₂	Nitrógeno
nom	nominal
<i>p</i>	proporcional
Prom	promedio
Ter	Térmica

Lista de abreviaciones

AET	Almacenamiento de Energía Térmica
AIE	Agencia Internacional de Energía
ATL	Energía térmica mediante calor latente
ATQ	Almacenamiento de Energía Termoquímica
ATS	Energía térmica mediante calor sensible
CaCO ₃	Carbonato de Calcio
CaO	Óxido de Calcio
CO ₂	Dióxido de Carbono
Cr	Cromo
ESC	Energía Solar Concentrada
INAE	Instituto Nacional Americano de Estándares (ANSI)

Ni Níquel
ONU Organización de Naciones Unidas
SrCO₃ Carbonato de Estroncio
SrO Óxido de Estroncio
TQS Termoquímica Solar
UAM Universidad Autónoma Metropolitana

1. Resumen

En el presente trabajo se diseñó y se construyó un horno eléctrico con su sistema de control capaz de alcanzar temperaturas de hasta 1000 °C, con tasas de calentamiento variable: 5, 10, 20, 30 y 40 °C/minuto respectivamente. El dispositivo fue creado para estudios gravimétrico-termoquímicos de sistemas de almacenamiento de la energía térmica solar y producción de combustibles limpios. Se podrán realizar experiencias cíclicas para las reacciones endo y exotérmicas para los sistemas de almacenamiento térmico, como son algunos óxidos y carbonatos, y así analizar su capacidad de almacenamiento de energía, analizar como ésta se ve afectada y cambia después de varios ciclos. Así como también validar el funcionamiento del horno eléctrico al proponer los compuestos más eficientes para el proceso reversible en el almacenamiento de energía solar de forma experimental. El horno se construyó con una resistencia de Kanthal, que permite alcanzar las temperaturas elevadas. Se diseñó el sistema de control de temperatura y se implementó con tecnología Arduino, el cual permite hacer programaciones de temperatura desde 5 hasta 40 °C/min. Se utilizó un controlador proporcional-integral-derivativo (PID) PID, que permite un control preciso que tiende a ser lineal. Los resultados muestran que el comportamiento del horno posee un error promedio de 2.20 % respecto a todas las tasas de calentamiento estudiadas (5 °C/min - 40 °C/min), es decir, se llegaba a la temperatura final con una anticipación del 2.20 % del tiempo real (entre 1 y 2 minutos antes de lo programado). Por otro lado, para el proceso isotérmico el error es menor, con un valor de 0.56%, es decir, la variación total respecto a la isoterma ideal (1000 °C) será $1000\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. A pesar de este comportamiento, se pueden realizar las rampas de temperatura propuestas. Se llevaron a cabo algunas experiencias de carbonatación y calcinación del carbonato de estroncio (a un ciclo se obtuvo una recombinación del 99.32 % de su masa total), y se alcanzaron resultados prometedores, estos experimentos preliminares, permitieron confirmar la versatilidad y la viabilidad del horno construido para realizar experimentos científicos.

2.Introducción

Se sabe que en gran medida el sol es una de las fuentes renovables que regula muchos ciclos biogeoquímicos, en general las energías renovables como método alternativo para evitar la emisión de gases de efecto invernadero es una idea muy prometedora ya que aún está lejos de cumplir con las demandas energéticas a nivel mundial, debido a que son fuentes intermitentes, aleatorias y que su intensidad para algunas es afectada debido a factores climatológicos de acuerdo con Letcher (2016). Por tal motivo, la posibilidad de que cumplan las necesidades energéticas es una tarea de interés para realizar investigación.

A pesar de los esfuerzos que se han intentado para el uso de energías limpias, el cambio climático es lo único que en realidad sigue avanzando. Varios laboratorios internacionales han demostrado que desde el año 1880 hasta el año 2020 se han reportado los 11 años más cálidos que se tienen registro así como se muestra en la Figura 1, información extraída de la página Nasa & Giss (2022).

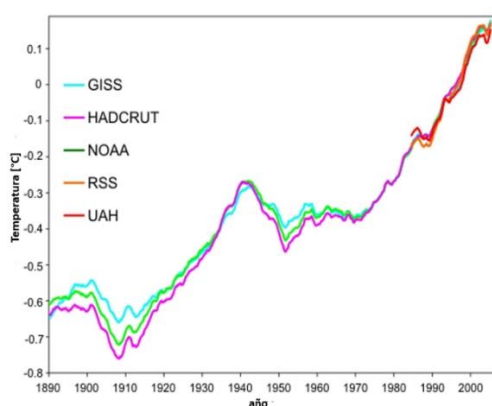


Figura 1. Índice de temperatura global tierra-oceano; Extraída de Skeptical Science (2023).

El aumento drástico de la temperatura se atribuye principalmente a la emisión constante de CO_2 , CH_4 , NO_x y SO_2 después de la era industrial (en el siglo XVIII). A continuación se muestra el comportamiento térmico superficial global registrados para los años 1884, posteriormente el comportamiento 100 años después, es decir, en el año 1984 y finalmente el comportamiento térmico para el año 2021, observar el comportamiento en la Figura 2, información extraída de la página Nasa & Giss (2022).

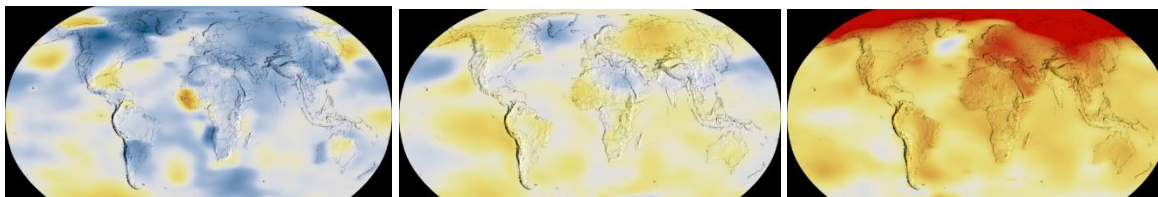


Figura 2. Temperatura superficial global de izquierda a derecha: 1884, 1984 y 2021. Extraído de Nasa & Giss (2022).

Como se aprecia en la Figura 1 y Figura 2, el incremento de temperatura no ha cedido y está ligado a la quema de combustibles fósiles para satisfacer las demandas energéticas mundiales. Por tal motivo, se han desarrollado dispositivos amigables con el medio ambiente que emplean fuentes renovables de energía atenúan la emisión de gases de efecto invernadero. Entre esos dispositivos, encontramos los sistemas de Energía Solar Concentrada (ESC) que permiten obtener temperaturas altas para procesos industriales o para la generación de energía eléctrica. La energía térmica eventualmente puede almacenarse.

La energía solar térmica es una tecnología revolucionaria que está transformando la manera en que generamos y utilizamos el calor en la industria. Esta tecnología incluye una variedad de sistemas, como los colectores solares y los sistemas de concentración, cada uno diseñado para adaptarse a las necesidades específicas de diferentes procesos industriales. Investigaciones recientes, como las de Romero y Steinfeld (2012) han avanzado en el diseño y optimización de colectores solares térmicos, como los canales parabólicos, las torres solares y los platos parabólicos solares, demostrando su eficacia para producir calor a altas temperaturas de manera sostenible.

Uno de los avances más emocionantes en este campo es la integración de sistemas de almacenamiento de energía térmica con plantas solares térmicas. Estudios como los de Frazzica y Cabeza (2019) así como los de Palacios et al. (2020) han explorado materiales y técnicas innovadoras para almacenar el calor solar de manera eficiente, permitiendo su uso incluso cuando el sol no brilla o en la noche. Esto no solo aumenta la confiabilidad de estos sistemas, sino que también los hace más flexibles y competitivos frente a otras fuentes de energía renovable e, incluso, frente a los combustibles fósiles.

Hoy en día, las plantas de energía solar térmica de concentración (CSP) para generar electricidad están operando en todo el mundo con dos enfoques principales. El primero utiliza sales fundidas para transferir y almacenar calor, acoplado a una turbina de vapor para generar electricidad. El segundo emplea una turbina de gas, lo que permite una mayor eficiencia en la conversión de energía (Kang et al., 2018; Li et al., 2019; Palacios et al., 2020), ambos sistemas buscan maximizar su rendimiento para competir en el mercado eléctrico actual. Sin embargo, aún hay margen para innovar. La propuesta de nuevos ciclos de potencia y métodos de almacenamiento térmico podría reducir significativamente el costo de la electricidad generada, haciendo que esta tecnología sea aún más accesible y eficiente.

El futuro de la energía solar térmica es prometedor. Con el desarrollo de esquemas más eficientes, se espera aumentar no solo la producción de electricidad, sino también el número de horas de operación al año, lo que se conoce como factor de capacidad. Esto significa más energía limpia, disponible las 24 horas del día, a un costo cada vez menor. La energía solar térmica no solo es una alternativa sostenible, sino también una solución clave para reducir nuestra dependencia de los combustibles fósiles y combatir el cambio climático

y para ello es importante el desarrollo de nuevos sistemas de almacenamiento del calor para lograr ese objetivo.

Los sistemas de almacenamiento de energía térmica según Salgado-Pizarro et al. (2022) se clasifican de la siguiente manera.

- Almacenamiento de energía térmica mediante calor sensible (ATS)
- Almacenamiento de energía térmica mediante calor latente (ATL)
- Almacenamiento de energía Termoquímica (ATQ)

El primero es la forma más sencilla de almacenar energía térmica, que es **mediante calor sensible** ya que el cuerpo o sustancia absorbe energía la que es almacenada en las partículas o moléculas excitando a los átomos de los cuales está constituido, sin que haya un cambio de estado de agregación. En consecuencia, aumenta la frecuencia interatómica lo cual genera un aumento o descenso de temperatura. Esto depende de si estamos suministrando o cediendo energía del medio que nos rodea. Estos sistemas son frecuentes en el mercado para uso de servicios públicos, el más sencillo es el termotanque de un calentador solar para proporcionar agua caliente al hogar.

El almacenamiento de energía térmica mediante la propiedad de **calor latente**, sucede cuando existe un cambio de fase al momento de suministrar energía al medio de interés. Para lograr esto, primero debe almacenarse una cierta cantidad de calor sensible, necesario para alcanzar la temperatura a la cual da inicio el cambio de fase. Posteriormente, a presión y temperatura constantes se sigue almacenando energía hasta que el cambio de fase es total, en general podría ser de un estado de agregación líquido o sólido hasta un estado final gaseoso que posee una mayor densidad de energía que el caso anterior. El ejemplo claro es la densidad de energía del vapor que mueve una turbina en un ciclo Rankine.

El almacenamiento de energía mediante **reacciones termoquímicas** reversibles de acuerdo con Wang et al. (2022) es una componente esencial que proporciona la química. Estas reacciones implican la disociación de compuestos mediante una reacción endotérmica, donde los productos (elementos o compuestos) almacenan energía incluso por tiempo indefinido, ver la Figura 3.

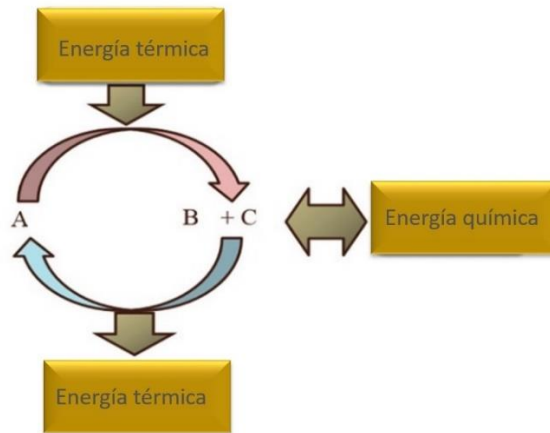


Figura 3. Principio de una reacción reversible termoquímica para AET; extraído de André et al. (2016).

De acuerdo con André et al. (2016) durante la carga de calor un compuesto “A” se calienta y se disocia en productos “B” y “C” a través de una reacción endotérmica, los productos almacenan la energía térmica en energía química en los enlaces químicos. Cuando al menos uno de los productos se encuentra en estado sólido y el otro en estado gaseoso, el almacenamiento a temperatura ambiente tiende a ser sencillo, económico y sobre todo fácil de desplazar, ya que no será necesario el aislamiento del contenedor, así como tampoco hay preocupación por corrosión del sistema. Durante la descarga, se lleva a cabo la reacción exotérmica que tiende a ocurrir por lo general a menor temperatura que en la reacción endotérmica. Para que proceda la descarga de energía, “B” se pone en contacto con “C”, liberando la energía almacenada en forma de calor.

En comparación con los otros sistemas de almacenamiento de energía, el método ATQ es una tecnología poco estudiada. En la Figura 4 se muestra una estadística de los artículos publicados en el tema a lo largo de varios años, hacia 2012 fue cuando se comienza a incrementar el conocimiento en el tema que aún posee muchos retos. En la Figura 5, se muestra un esquema del estado del arte de la tecnología de almacenamiento y se contrasta con la capacidad de almacenamiento, que refleja el nivel de dificultad. En el caso del almacenamiento termoquímico, debido a que se trata con reacciones químicas que deben ser consideradas en la operación y el diseño de los sistemas y equipos respectivamente, el sistema es más complejo y las inversiones son sensiblemente más grandes.

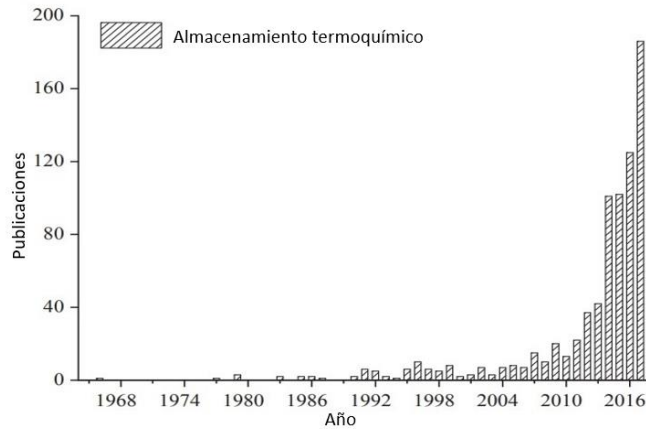


Figura 4. Publicaciones de almacenamiento termoquímico de energía, extraído de Wu et al. (2018).

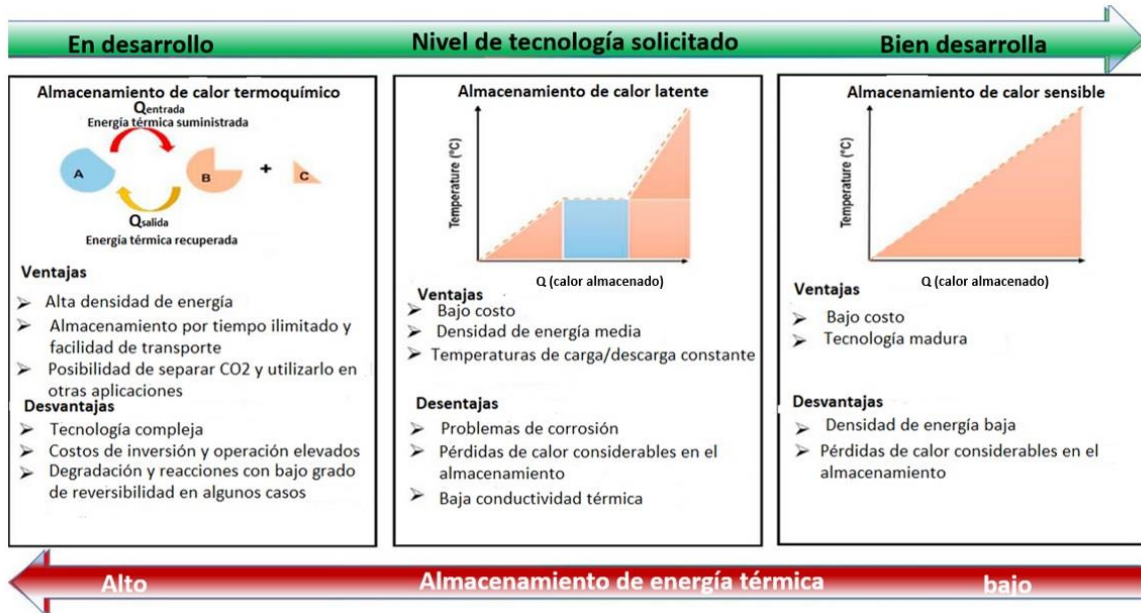


Figura 5. Comparación de tecnologías para el AET, extraído de Yan et al. (2020).

Se han definido los sistemas termoquímicos y se han clasificado según su naturaleza química. Es decir, existen hidruros metálicos, carbonatos, hidróxidos, óxidos cuyas reacciones son reversibles, el amoníaco, y el conjunto de compuestos orgánicos como lo es el CH₄/H₂O, CH₄/CO₂ son candidatos de almacenamiento de energía termoquímica a alta temperatura según Bagherisereshki et al. (2018). Una representación que nos proporciona Yan et al. (2020) de algunos de estos tipos de sistemas para el almacenamiento termoquímico se muestran en la Figura 6.

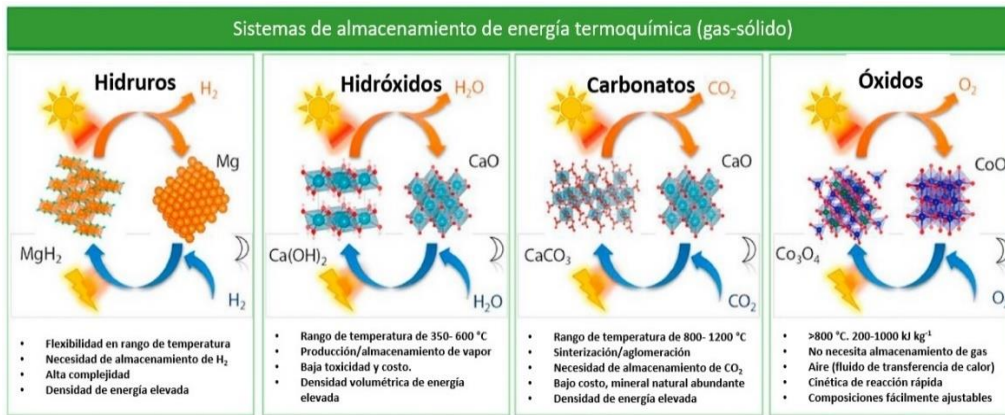


Figura 6. Comparación de diferentes sistemas solido-gas de ATQ; extraído de Yan et al (2020).

Un ejemplo claro de almacenamiento de energía mediante una reacción termoquímica es la disociación de la molécula de agua en sus elementos puros para generar un vector energético como lo es el Hidrógeno, así como, un elemento fundamental para que exista vida que es el Oxígeno, observar la Figura 7.

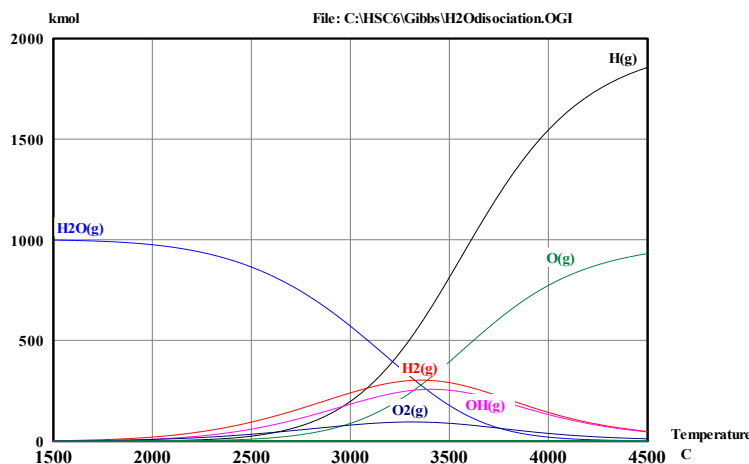


Figura 7. Disociación de la molécula de agua, HSC Chemistry 6.

En la Figura 7 se aprecia que mediante la adición de calor generamos la disociación completa de la molécula del agua y tenemos la mayor producción de Hidrógeno, así como de oxígeno a 4300 °C, se ha almacenado energía termoquímica en el Hidrógeno sin límite de tiempo para su futuro uso. Un ejemplo de que el almacenamiento termoquímico es una vía para que por medio de fuentes renovables como lo es la energía solar proceda la reacción endotérmica.

De acuerdo a Marie et al. (2022a) lo largo del año y dependiendo de la región en el mundo, existen variaciones en la intensidad del recurso solar. Estas variaciones del recurso solar podrían motivar a las industrias emplear combustibles fósiles. De ahí radica la importancia del almacenamiento termoquímico, pues se podría almacenar suficiente energía en los periodos de alta irradiancia solar y emplearla cuando es baja o nula, como en las noches.

3.Estado del Arte

3.1 *Sistema de Calentamiento de reactores Tubulares.*

En algunas experiencias de procesos termoquímicos, el calor necesario para que ocurra la reacción endotérmica (p.e. disociación del material reactivo) se obtiene por medio de hornos eléctricos. En los procesos termoquímicos donde la energía solar es la fuente térmica, resulta complicado caracterizar las reacciones químicas involucradas. Por ello se acude al diseño y construcción de hornos eléctricos, que permiten tener un mejor control de los parámetros experimentales y obtener los resultados de forma precisa. Jazrawi et al. (2013) desarrollaron un horno de licuefacción hidrotermal continua, el reactor constaba de 4 serpentines de acero inoxidable sumergidos en un lecho fluidizado calentado; el calentamiento se proporcionaba mediante 4 elementos calefactores eléctricos de 1 kW insertados en el lecho fluidizado. Fernández-Saavedra et al. (2014) utilizó un horno eléctrico para realizar reacciones de hidrólisis, las pruebas se llevaron a cabo a escala de laboratorio basado en un reactor cilíndrico colocado dentro del horno eléctrico. La temperatura máxima de operación que reporta fue de 1350 °C y la tasa de calentamiento máxima fue de 20 °C/min. Anastasakis et al. (2018) mejoraron un reactor similar para licuefacción hidrotermal continua. Se han desarrollado varias alternativas para mejorar la fluidización de partículas quebrando los aglomerados grandes, entre ellos se encuentran la vibración mecánica, la perturbación del campo magnético, la vibración mediante ondas sonoras, el campo eléctrico alterno, el flujo de gas secundario y la adición de partículas finas en el flujo según Zhu et al. (2016).

En este sentido, Wu et al. (2018) muestran que hay una gran dependencia en la temperatura y en el tiempo de la reacción; altas velocidades de calentamiento promueven la formación de materiales densificados, un tiempo prolongado de calentamiento genera aglomerados menos compactos. Los procesos termoquímicos a alta temperatura generan que las partículas del compuesto se junten, es decir, se aglomeran y sinterizan. Estos comportamientos, que son muy comunes, son indeseables de acuerdo con Kodama et al. (2005) pues el fenómeno de aglomeración genera una barrera física y dificulta la difusión del gas reactivo durante la reacción exotérmica, causa por la cual la recombinación no es completa. La investigación en nuevos diseños de reactores y el empleo de separadores químicos han permitido mejorar las tasas de conversión. No obstante, se requiere de profundizar en el conocimiento para entender, explicar y solucionar los fenómenos tras los cuales las partículas sólidas, se aglomeran derivado de los ciclos de calentamiento – enfriamiento, que somete a los reactivos sólidos durante el proceso de almacenamiento de energía térmica con energía química. El diseño de **hornos que simulen la radiación solar y permitan un trabajo continuo**, es uno de los trabajos más interesantes pues con ello se logra estudiar bajo condiciones estables los sistemas de almacenamiento térmico. El sistema de control de temperatura, por consiguiente, es uno de los principales retos, pues

es el que permitirá **simular de manera confiable el proceso de calentamiento con energía solar y sus efectos sobre las partículas sólidas.**

Du et al. (2022) han desarrollado otras estrategias para controlar las velocidades de calentamiento y enfriamiento, agregar aditivos a los materiales así como también mejorar la operación y el diseño del reactor. Según Kim et al. (2023) en la literatura se encuentran reportados hornos eléctricos de tubos concéntricos verticales que basan la transferencia de calor en fenómenos como calentamiento por microondas, efecto Joule y por inducción electromagnética. Bolívar Caballero et al. (2022) proponen el uso de hornos eléctricos que pueden funcionar por inducción magnética o mediante un elemento resistivo. Ambos permiten tener un calentamiento uniforme y con coeficientes de transferencia de calor elevados de acuerdo con los estudios de Wismann et al. (2021).

En cuanto a los sistemas de control de temperatura, Vázquez et. al. (2017) describen el diseño e implementación de un controlador PID para regular temperatura de un sistema Amira LTR701. Utilizaron la herramienta "Signal Constraint" del bloque de "Simulink Response Optimization de Matlab que contiene la versión 7.0. La simulación también la realizan en Matlab y determinan los parámetros K_p , K_i y K_d , *del controlador PID*, que producen la mejor respuesta al sistema de control. Finalmente lo instalan en un controlador que emplea el programa LabView y funciona para calentar un flujo de masa en su interior. Ascanio et al. (2018) reportan la metodología utilizada para para desarrollar un sistema de control de un horno de temple y para ello utilizaron una tarjeta de Arduino Uno y un controlador Max6675k, su principal función fue el tratamiento térmico del acero garantizando los parámetros estándar necesarios para su comercialización. Los sistemas que se desarrollaron en el laboratorio son regularmente más económicos que los que se encuentran en el mercado. De ahí que el empleo de sistemas de adquisición y control como las tarjetas Arduino, han marcado una gran diferencia en las inversiones para el desarrollo de equipos y sistemas en los laboratorios de investigación.

3.2 *Sistemas de almacenamiento Termoquímico.*

El concepto de ciclos termoquímicos fue postulado por primera vez en 1966 por los científicos Funk y Reinstrom (1966) quienes presentan las ventajas de almacenamiento de calor mediante reacciones químicas sobre los fenómenos termo-físicos por calor sensible y calor latente. André et al. (2016) demuestran que la densidad de energía almacenada es más alta gracias a la entalpía de reacción, así como también que permiten una larga duración de almacenamiento a temperatura ambiente y facilidad de transporte.

Wong et al. (2010) analizaron 16 óxidos metálicos como posibles candidatos para el almacenamiento termoquímico de energía de los cuales sólo BaO₂, Co₃O₄, Mn₂O₃, CuO, Fe₂O₃ Y Mn₃O₄ demostraron ser los mejores. Wong (2011) señala al CuO/ Cu₂O como el mejor candidato por su densidad de almacenamiento de 811 kJ/kg (844 KJ/kg para Co₃O₄ y 202 KJ/kg para Mn₃O₄), y debido a que el CuO está ampliamente disponible en la naturaleza. Karagiannakis (2014) y Block (2014), concluyeron que el Co₃O₄ era el mejor para esta finalidad por su desempeño en recombinación y densidad de almacenamiento de energía. Pardo et al. (2014) proponen trabajar con óxidos metálicos para almacenamiento a alta temperatura (623 K - 1373 K) ya que al reducirse almacenan energía (reacción endotérmica) mientras que al oxidarse la liberan (reacción exotérmica), debido a esto Alonso et al. (2015) mencionan que por esos niveles de temperatura pueden emplearse en centrales solares a concentración.

G. Karagiannakis et al. (2014) reportan que el Co₃O₄, así como, el Mn₂O₃ son considerados buenos candidatos para almacenamiento de energía térmica mediante reacciones termoquímicas en torres termosolares, y concluye que el Co₃O₄ (495 kJ/kg) es mejor que el Mn₂O₃ (110 kJ/kg) en densidad de energía gravimétrica almacenada, así como, en la cinética de la reacción.

Cabe mencionar que Pardo et al. (2014) y Wu et al. (2018) en investigaciones independientes exponen varias ventajas y desventajas del CuO y del Co₃O₄, entre ellas para el CuO/Cu₂O encontramos que tiene una densidad de energía muy elevada para almacenar calor y que es abundante con un costo muy bajo de adquisición pero, para que ocurra la reacción endotérmica, se necesita suministrar demasiada energía y durante la reacción exotérmica, de recombinación, es muy limitada por la formación de un encostrado y sinterizado. El Co₃O₄/CoO posee densidad de energía inclusive mayor que la del CuO, la cinética de reacción es muy rápida y posee una buena recombinación, pero tiene los inconvenientes de un costo muy elevado y es potencialmente dañino para la salud.

Yan et al. (2015) estudió los mecanismos de descomposición para el CaSO₄ en donde se dio cuenta que al mezclar SiO₂, Al₂O₃ o Fe₂O₃ con sulfato de calcio y calcinarlo a elevadas temperaturas, la tasa de disociación del CaSO₄ aumenta. Con la adición de Fe₂O₃ el intervalo de temperatura de descomposición se reduce, mientras que cuando se adiciona SiO₂ o Al₂O₃ disminuye la temperatura de descomposición inicial. Esto nos indica que los

óxidos añadidos se comportan como catalizadores que benefician al proceso termoquímico, pero sin olvidar que el uso de sulfatos introduce el problema crítico de corrosión en tuberías que debe tenerse en cuenta.

André et al. (2016) realizaron un análisis de la capacidad de almacenamiento termoquímico basado en sistemas solido-gas con carbonatos metálicos, hidróxidos metálicos, Óxidos metálicos y perovskitas. Con base en ese estudio, los carbonatos de calcio y estroncio (CaCO_3 y SrCO_3) así como los óxidos de cobre y cobalto (CuO y CoO) fueron seleccionados para estudio y análisis en esta tesis. Son algunos de los compuestos que poseen la capacidad de almacenar la mayor densidad de energía por unidad de masa, teniendo al CaCO_3 como el que posee la mayor densidad gravimétrica de los compuestos seleccionados. Desafortunadamente de acuerdo con Pardo et al. (2014) entre sus inconvenientes se encuentra que se aglomeran, lleva a la sinterización y a una baja reactividad. En algunas ocasiones se ha necesitado dopar con óxido de titanio para mejorar la recombinación de la reacción y evitar la sinterización (hasta 10 ciclos) sin pérdida de recombinación y con una tasa de conversión global del 65%. Afortunadamente se tiene disponible y a buen precio, la separación de los productos es relativamente sencilla (gas-sólido), no genera subproductos y la tecnología industrial es conocida debido a la producción de piedra caliza.

Bagherisereshki et al. (2018) realizó una investigación para analizar la reacción $\text{SrCO}_3/\text{SrO} + \text{CO}_2$ para almacenamiento termoquímico a alta temperatura ($\approx 1200^\circ\text{C}$). Elham propone a SrCO_3 como un candidato interesante para el ATQ ya que entre sus ventajas encontramos que no involucra ningún catalizador en el proceso total, no hay reacciones ni productos secundarios, el CO_2 no es un compuesto inflamable y mucho menos corrosivo, así como tampoco es tóxico. Desafortunadamente, las altas temperaturas dan pauta al proceso de sinterización lo cual afecta la reactividad después de varios ciclos. El autor analizó dos inhibidores de sinterización (CaSO_4 Y $\text{Sr}(\text{PO}_4)_2$) concluyendo que el $\text{Sr}(\text{PO}_4)_2$ es el mejor inhibidor de sinterización y tiende a aumentar el almacenamiento después del séptimo ciclo (1 a 10 ciclos) de carga y descarga térmica. Finalmente, Elham demuestra que para muchos ciclos (1 a 30) el inhibidor de sinterización $\text{Sr}(\text{PO}_4)_2$ no influye y la tendencia de ATQ es tal que se comporta de manera similar al compuesto puro sin inhibidor. Afortunadamente, Elham también obtuvo resultados interesantes para cuando experimentó con la reacción exotérmica al momento de exponer al SrO a la humedad relativa del aire después de 30 días, la capacidad de almacenamiento se elevó incluso en 1000 kJ/kg (10 veces más de lo normal) lo cual indicó que el exceso de humedad ($>20\%$ a la inicial) aumenta el almacenamiento de ATQ.

Chen et al. (2022) en su investigación experimental con un reactor de bobina en espiral propone que el $\text{CaCO}_3/\text{CaO} + \text{CO}_2$ es uno de los candidatos atractivos para almacenamiento termoquímico ya que posee características como alta densidad de energía (0.49 kWh/kg), no toxicidad, bajo costo y amplia disponibilidad. Sin embargo, sus inconvenientes inhiben el desarrollo industrial ya que en la práctica Xiaoyi menciona que la

conversión de CaO es inferior al 20%, así como su baja conductividad térmica (1.5 W/m K), lo cual indica que se necesita un catalizador para mejorar la reacción reversible. Por otro lado, encontró que sufre el mismo problema de sinterización después de varios ciclos, como inhibidor para el proceso total. Zhao et al. (2014) recomiendan usar silicato de calcio (Ca_2SiO_4) ya que sufre cambios en su estructura cristalina entre 660°C y 930°C, mismo intervalo para el cual ocurre la reacción endotérmica y exotérmica del CaCO_3 , lo cual contribuye a preservar el espacio entre las partículas del CaCO_3 inhibiendo la sinterización. Desafortunadamente, Zhao reporta que la carga/descarga de energía sólo es estable por 15 ciclos, lo cual permite seguir investigando para encontrar un inhibidor que mejore y aumente el número de ciclos.

En la actualidad, se tienen problemas de sinterización y aglomeración en los compuestos que se utilizan para el almacenamiento termoquímico. De acuerdo con Pardo et al. (2014) han observado demasiados problemas en la reacción de carbonatación (exotérmica) para el CaCO_3 cuando se trabaja con un tamaño de partícula 10 μm ya que debido a la sinterización existe una pérdida de superficie específica, además, se crea una capa desde el exterior durante la carbonatación que impide la difusión de CO_2 hacia el interior del compuesto (CaO) y que limita la conversión completa al reactivo inicial.

4. Justificación

La preocupación por alcanzar un panorama libre de emisiones de gases de efecto invernadero, es uno de los objetivos por la cual se declara la emergencia climática. La Agencia Internacional de Energía propone el proyecto emisiones cero (Net Zero Emissions por sus siglas en inglés NZE) donde se espera el decremento gradual de emisiones de CO₂ y la mínima emisión para el 2050, considerado como uno de los principales gases que están contribuyendo al cambio climático y a que la temperatura promedio de la tierra se aumente más de los 1.5 °C. Es por ello, que el laboratorio de Termoquímica Solar, dirigido por el Dr. Hernando Romero Paredes Rubio y por medio de su servidor en la Universidad Autónoma Metropolitana, Iztapalapa (UAM-I), se busca contribuir mediante el diseño y construcción de un horno eléctrico para el estudio de almacenamiento termoquímico que en la actualidad no es tan explorado, pero si muy prometedor. De esta manera, se busca el futuro sustentable utilizando el diseño y construcción de un horno eléctrico que simula la concentración solar para almacenar energía en compuestos químicos, con ello se atiende la preocupación climática ya que, de lo contrario, según (Rodríguez-Rodríguez et al., 2011), el incremento descontrolado de la temperatura conlleva a cambios en los ciclos biogeoquímicos que son vitales para que el ciclo de vida sea posible. Así como, también considerar que nuestros océanos han aumentado su acidez en aproximadamente un 26% o que se han estado calentando a un ritmo de aproximadamente 0.13 °C por década a partir del siglo XX (Marie et al., 2022b). Es por ello, que la preocupación es inevitable y nuestra visión es la de tratar de preservar, en la medida de posible, el medio ambiente, atenuar el cambio climático y proporcionar los resultados más relevantes para almacenar energía proveniente de fuentes renovables, utilizarla y satisfacer las necesidades humanas.

Uno de los inconvenientes en el trabajo científico de naturaleza experimental en México, es siempre el factor económico. La financiación a los proyectos de investigación generalmente es modesta y es con esos recursos que debe hacerse un trabajo científico de calidad y a la altura del desarrollo internacional. Una de las herramientas fundamentales en un laboratorio de ciencia termoquímica, son los hornos eléctricos de diferentes características y que en el mercado son muy onerosos.

Por lo que en este trabajo se desarrolló un horno eléctrico cilíndrico que simula la concentración solar con su sistema de control con base en software libre. Se seleccionó Arduino por su versatilidad en el lenguaje de programación, y su facilidad de integrar componentes de la misma marca que responden al control buscado, adicionalmente a su precio bajo. Este microcontrolador se adapta a las necesidades que el proyecto de investigación demanda; recolección de datos de temperatura, monitoreo, y control de calentamiento. El microcontrolador Arduino comparado con otros sistemas similares como por ejemplo el microprocesador Raspberry pi poseen características similares para el objetivo de control, pero Arduino es ideal para tareas independientes como el monitoreo y

el control de dispositivos mientras que el raspberry Pi es una mejor opción para proyectos complejos que requieran conectividad a internet, respuesta multimedia o inclusive lenguajes de programación para ejecutar un software más sofisticado (Shajan et al., 2023). En precio, Arduino será más asequible como placa, pero en adquisición de Hardware podría ser más costoso comparado con el software que puedas implementar en Raspberry Pi si consideras todo en un solo componente. En la memoria RAM y la velocidad de reloj raspberry Pi supera a Arduino mientras que en el consumo energético Arduino podría funcionar inclusive con la energía que proporciona el puerto USB del ordenador. Si de entradas analógicas se trata, Arduino es recomendable para la instalación de sensores o el control de motores, por otro lado, Raspberry Pi también admite entradas analógicas, pero requiere componentes adicionales como un conversor analógico-digital. Debido a esto, Arduino funciona bien para proyectos de domótica, robótica y sistemas de control mientras que Raspberry Pi para proyectos que requieren mayor capacidad de procesamiento, como análisis de datos, IA y la visión artificial (Shajan et al., 2023). Este sistema desarrollado permite su réplica para otros trabajos en la comunidad científica donde se busca un calentamiento controlado con diferentes tasas de calentamiento mediante efecto Joule que simula la concentración solar.

5. Preguntas de investigación

1. ¿Se podrían llevar a cabo las experiencias de las reacciones reversibles termoquímicas de almacenamiento de energía a temperaturas del orden de 1000 °C en el horno tubular?
2. ¿Será factible el desarrollo de un horno cilíndrico vertical tubular que tenga la versatilidad de incrementos de temperatura a tasas variables y controlado por tecnología de acceso libre?

6. Objetivo general

- Diseñar y construir un horno eléctrico cilíndrico vertical que simula la concentración solar y que pueda alcanzar temperaturas superiores a los 1000 °C, cuya tasa de calentamiento se pueda programar y tenga una respuesta lineal, donde se puedan evaluar las reacciones termoquímicas de almacenamiento de energía.

6.1 *Objetivos específicos*

- Modelar y crear un horno tubular cilíndrico vertical a partir de una resistencia eléctrica de 2,000 W.
- Caracterizar térmicamente el comportamiento del horno construido.
- Desarrollar e implementar un sistema de control de temperatura que permita el incremento de temperatura a una tasa determinada.
- Evaluar el desempeño del sistema de control y determinar los parámetros PID para un control lineal de temperatura.
- Realizar algunas experiencias de reacciones químicas para evaluar la versatilidad y factibilidad del horno construido para el objetivo buscado.

7. Métodos y Materiales

7.1 Diseño del horno eléctrico

7.1.1 Cálculo de la resistencia para la potencia deseada.

Se diseñó un horno eléctrico con una potencia de 2,000 W (misma potencia que cuenta el Simultaneous Thermal Analyzer 449 F3 Jupiter, sistema que se intenta imitar y es conocida incluso desde el inicio del proyecto de tesis de maestría) que opere a temperaturas que entre los 25 °C hasta 1000 °C (como máximo). Debido a estas características, se propuso trabajar con alambre de Kanthal D (25% Cr, 5% Al, 70% Fe), material que se adapta a los criterios de operación experimental, revisar la Tabla 1, datos adquiridos de la referencia (*Alambre de calentamiento por resistencia y alambre de resistencia, 2024*).

Tabla 1. Dimensiones y propiedades del alambre de Kanthal (25% Cr, 5% Al, 70% Fe).

l (m)	d _{ext} (m)	Re ($\Omega \text{ m}^{-1}$)	T _F (K)	ϵ	γ (10^{-6} 1/K)
0.20	0.06	0.6489	1573.15	0.70	11

Con base en las características termo-físicas del alambre de Kanthal disponible en el mercado (calibre 14), se determinó la longitud total del alambre. El voltaje en el laboratorio es de 127 V, la potencia requerida para el horno eléctrico es de 2,000 W. Con esta información se puede conocer la corriente y la resistencia eléctrica total de operación acorde con la tabla 1, observar la Tabla 2.

Tabla 2. Longitud del alambre de Kanthal para una potencia de 2 KW.

V=	127.00	Volts
I=	15.75	Amperes
R=	8.06	Ohms
P=	2000.00	Watt
Calibre	Resistividad	Longitud total
	Ohms/m	m
6	0.10	80.33
8	0.16	50.58
9	0.21	37.82
10	0.26	31.47
11	0.29	27.96
12	0.41	19.81
13	0.53	15.33
14	0.65	12.43
15	0.81	9.90
16	1.09	7.43
17	1.41	5.70
18	1.75	4.62

Conociendo la resistividad del alambre de Kanthal para el calibre 14, y la resistencia eléctrica total de operación se determinó que la longitud de alambre requerido para la construcción de la resistencia del horno eléctrico, la cual fue de 12.43 m. Se seleccionó este calibre dado que fue el de fácil adquisición a pesar del costo.

7.1.2 Construcción de la resistencia eléctrica.

Para poder crear la resistencia se acudió a un centro de maquinado profesional, con ayuda de un torno y una varilla de 1/8 de pulgada de diámetro se realizó el rizo al alambre de Kanthal. Sucesivamente se utilizó una prensa mecánica y una varilla de 1/2 pulgada para enrollar en forma de espiral el alambre de Kanthal y así crear la resistencia, observar la Figura 8. Se enrolló la resistencia en un torno para darle el diámetro del rizo adecuado. Posteriormente la resistencia se hizo circular en un tubo de alúmina para tener la forma tubular.



Figura 8. Proceso de creación de la resistencia eléctrica.

7.1.3 Construcción del horno eléctrico.

Para construir el horno, se instaló la resistencia eléctrica sobre un tubo de alúmina; este material es una cerámica que cumple con las características para el nivel de temperatura de trabajo y el método experimental, la Tabla 3 muestra las propiedades físicas y termo físicas de la alúmina. Además, este tubo le proporciona soporte y rigidez a la estructura del horno eléctrico, (*Graphit e store México, 2023*).

Tabla 3. Dimensiones y propiedades del tubo de alúmina.

L (m)	d _{ext} (m)	T _F (K)	κ (W/m K)	ε	γ (10 ⁻⁶ 1/K)
0.30	0.03	2022	35	0.80	8.4

Se colocó la resistencia eléctrica alrededor del tubo de alúmina y se separa con colcha de alúmina para evitar el contacto entre sí, esta separación es de al menos de 0.01 m, revisar

la Figura 9. Además, se distribuye la resistencia de manera que en ambos extremos del tubo de alúmina se tengan 0.05 m libres para colocar los cabezales.

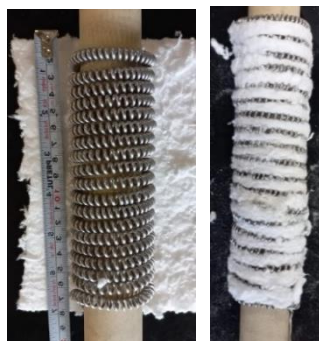


Figura 9. Construcción del horno, aislamiento que evita un corto circuito

Un tubo de acero inoxidable ANSI 304 se introdujó al tubo de alúmina y se mantienen como tubos concéntricos sin estar en contacto. A continuación, en la Tabla 4 encontramos las dimensiones y propiedades del tubo de acero, (*Tubería Sanitaria de Acero Inoxidable, Sus Válvulas y Conexiones*, 2023).

Tabla 4. Dimensiones y propiedades del tubo de acero.

Tubo	L (m)	d_{int} (m)	d_{ext}	κ (W/m K)	T_F (K)
Acero ANSI 304	0.50	0.0156	0.0212	14.9	1670

En el apéndice 1 se muestran las medidas de los cabezales y la simulación del ensamble entre los cabezales de Latón y los tubos en Autodesk inventor, las propiedades del latón se muestran en la Tabla 5, (*Broncesval Central*, 2023) .

Tabla 5. Propiedades térmicas del Latón.

Material	κ (W/m K)	T_F (K)
Latón	121	1163.15

7.1.4 Ubicación e instalación de los sensores de temperatura.

Los termopares que se seleccionaron para analizar el comportamiento térmico son tipo K, sus principales características se muestran en la Tabla 6, (*Tei Ingeniería, especificaciones técnicas termopar tipo K.*, 2023).

Tabla 6. Características de termopar tipo K.

Termopar	T_{min} (°C)	T_{max} (°C)	T_F (K)
Tipo K	-250	1200	1260

Se instalaron 4 termopares tipo K en el horno eléctrico: el primer termopar se instaló sobre el eje axial del horno, justo a la mitad para conocer la temperatura de la zona de reacción

en todo momento. El segundo termopar es el que controla las rampas de temperatura y se colocó en la superficie de la fuente de calor cercana a la resistencia sin tocarla, a la mitad de la longitud del tubo de alúmina. El tercer termopar se posicionó sobre el sistema de enfriamiento, un serpentín de cobre por donde fluye agua como fluido refrigerante. El último termopar se colocó en la superficie interna de una carcasa de PVC. El ensamble del horno eléctrico se puede observar en la Figura 10.

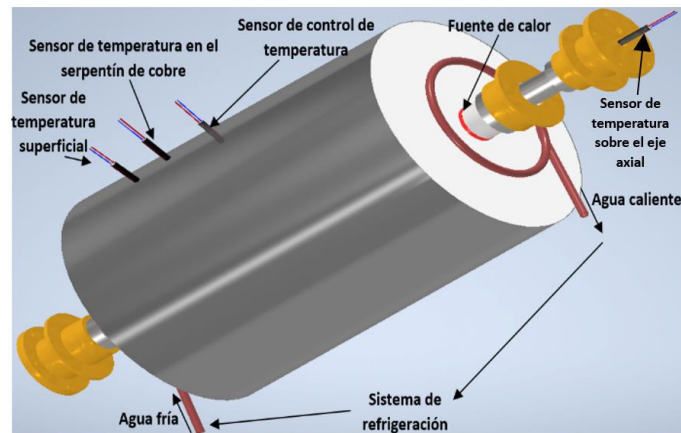


Figura 10. Posición de termopares en el horno eléctrico.

7.2 *Diseño del sistema de control.*

7.2.1 Materiales para el sistema de control

El sistema de control de temperatura para el horno eléctrico debe ser versátil, de fácil adquisición de los dispositivos electrónicos, así como la asequibilidad de los mismo. Poseer un lenguaje de programación de fácil acceso al público.

El control PID se rige mediante tres constantes de control, la constante proporcional contribuye a la velocidad de respuesta del sistema de control, la constante de integración recaba los errores previos inmediatos y corrige con ayuda del parámetro derivativo realizando una predicción tangencial a la siguiente acción de control (Bermeo Varon et al., 2021).

Los materiales necesarios para realizar el sistema de control fueron los siguientes.

- Relevador de estado sólido 100 A (SSR-100DA).
- Relevador de estado Sólido 50 A, 24-280 V, 250 kOhm.
- Pantalla LCD de 16x2 + Interfaz I2 Compatible con Arduino.
- Pirómetro XMGT-808.
- Fuente de poder de 12 V de corriente directa.
- Módulo Max6675 (convertidor de datos analógico a digital para termopares tipo K).
- Arduino UNO.

7.2.2 Diseño del sistema de control.

Los parámetros de control K_p , K_i y K_d fueron determinados mediante simulación en MATLAB y proporcionados por el Ing. Luis Antonio Guzmán Flores (Guzmán L.A., En proceso).

A continuación, se ilustra en un diagrama de bloques el principio de funcionamiento de un control PID, las expresiones generales que rigen cada parámetro de control, así como la entrada de la función de transferencia, su respuesta al proceso con un comportamiento y mejora en cada acción ejecutada, revisar la Figura 11.

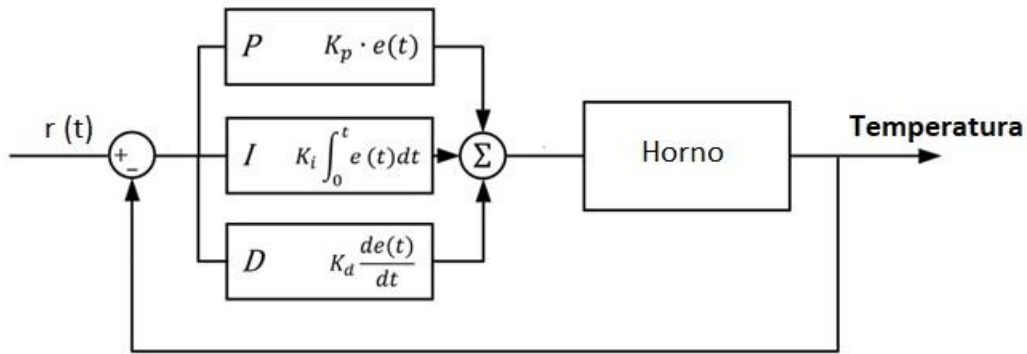


Figura 11. Diagrama de bloques de un control PID.

La función de transferencia del sistema de control es la que a continuación se plantea.

$$G_{pid}(s) = K_p + K_i \frac{1}{s} + K_d s \quad (1)$$

Por lo tanto, se determinan los valores de las constantes de control de la siguiente manera:

Estos parámetros de control deben cumplir las características de aumentar la temperatura con tasas de calentamiento controladas, las variaciones deben ser mínimas con respecto al tiempo de experimentación, así como reducir el error en el estado estacionario. Además, ser constantes para todas las experiencias independientemente que haya variación en las tasas de calentamiento.

Los valores de las constantes de proporcionalidad, K_p , K_i y K_d , se determinaron con la ecuación (1), fueron extraídas de la tesis del Ing. Luis Antonio Guzmán Flores quien se encargó de determinar los siguientes valores en su proyecto de tesis (Guzmán L.A., En proceso)

Los valores son los siguientes:

$$K_p=0.002018, \quad K_i = 0.0000002107, \quad K_d = 0.0005$$

7.3 *Materiales y metodología para las experiencias con reacción química*

7.3.1 Materiales y reactivos

Los materiales que se utilizaron fueron los siguientes:

- Un crisol cilíndrico de alúmina de capacidad máxima de 0.5 g.
- Una balanza analítica.
- Termobalanza.
- Vasos de precipitado.
- Agua destilada
- Alcohol isopropílico.
- Mufla
- Tamizador de 500 μm y 540 μm .

Los compuestos químicos que se utilizaron se muestran en Tabla 7.

Tabla 7. Características de los compuestos químicos utilizados.

Compuesto	Fórmula química	Masa molecular [g/mol]	Tamaño de partícula	Distribuidor
Carbonato de Estroncio	SrCO_3	147.63	500 μm – 540 μm	Aldrich
Carbonato de Calcio	CaCO_3	100.09		

7.3.2 Proceso a estudiar

El proceso químico REDOX, que se utilizó en esta investigación, permitió validar la operación del horno eléctrico bajo los parámetros de una reacción química dada y observar que el comportamiento del proceso de calentamiento fue acorde con los requerimientos térmicos de la reacción endotérmica.

7.3.3 Método experimental

Para iniciar las experiencias, el crisol debe estar perfectamente limpio y libre de trazas de material reactivo. Para ello, el crisol de alúmina se colocó en un vaso de precipitado con agua destilada y con detergente para laboratorio. Se introdujo a un equipo de limpieza ultrasónica a 35 °C durante 20 minutos. Posteriormente, se enjuagó con agua destilada y luego con alcohol isopropílico y se dejó secar mediante convección libre.

El crisol vacío se colocó en el interior de la mufla y se sometió a la temperatura a la cual se llevarán a cabo las reacciones químicas, en nuestro caso 1000 °C, con objeto de eliminar

cualquier contaminación. Se registró la masa del crisol al momento de que se sacó de la mufla, observar la Figura 12.

Ambos procesos se realizaron cada vez que se inició un nuevo experimento.



Figura 12. a) Crisol de alúmina b) Crisol con tapa de alúmina c) Crisol en mufla a 1000 °C.

La masa de reactivo para las experiencias del análisis del comportamiento del horno bajo condiciones de reacción química fue del orden de un gramo. Se introduce al crisol con el material reactivo previamente tamizado. Para el caso de experimentos con mezclas de compuestos químicos, como es el caso de $(x)\text{SrCO}_3/((1-x)\text{CaCO}_3)$, con una masa previamente definida; se registra la masa total. Se colocó el crisol en el interior del reactor tubular que se encuentra en la zona anular del horno y se inició el experimento. Se registró la masa del crisol con el compuesto químico al término del experimento.

Los experimentos para el análisis del comportamiento del horno se llevaron a cabo con base a las experiencias obtenidas con el STA 449 F3 Jupiter del laboratorio de Termoquímica solar en la UAM-Iztapalapa, experimentos que tratan de imitar su comportamiento. Los experimentos con el horno fueron los siguientes:

Experimento A: 1 ciclo.

Disociación:

Para la calcinación (reacción endotérmica de disociación), se inició con el reactor a temperatura ambiente con una tasa de calentamiento de 30 °C/min y se llevó la muestra $((x)\text{SrCO}_3/((1-x)\text{CaCO}_3)$ hasta 1000°C. Al alcanzar la temperatura de consigna se llevó a un proceso isotérmico durante 10 minutos, para posteriormente un enfriamiento mediante convección forzada de 25 minutos.

El flujo de gas inerte, en este caso nitrógeno, fue de 1.5 L/min durante todo el proceso. Con el sensor de dióxido de carbono se registraron las PPM de CO_2 liberado.

Al terminar el enfriamiento, se detuvo el suministro nitrógeno, se sacó la muestra, se pesó y se registró la información.

Recombinación:







La reacción de carbonatación partió de la temperatura ambiente con una tasa de calentamiento de 30 °C/min se llevó la muestra (x)SrO/(1-x)CaO hasta 800°C. Al alcanzar la temperatura de consigna se llevó un proceso isotérmico durante 10 minutos, para posteriormente un enfriamiento mediante convección forzada de 25 minutos.

Se suministró un flujo de dióxido de carbono de 1.5 L/min, como gas reactivo, desde el proceso de calentamiento hasta la temperatura de 800°C y se mantuvo el suministro en todo el proceso isotérmico. Se detuvo el suministro de CO₂ cuando acabó el proceso isotérmico y se accionó el suministro de gas nitrógeno al enfriar.

Cuando el horno estaba a temperatura ambiente, se sacó la muestra, se pesó y se registró la información.

A continuación, las condiciones del experimento se resumen en la Tabla 8.

Tabla 8. Resumen del experimento A – 1 ciclo completo.

EXPERIMENTO A 1 CICLO		Símbolo	dT/dt [°C/min]	T ₀ [°C]	T _f [°C]	t [min]	N ₂	CO ₂
							1.5 L/min	
1er ciclo	Disociación		30	25	1000	32.5	SI	NO
			-	1000	1000	10	SI	NO
			28	1000	300	25	SI	NO
	Recombinación		30	25	1000	32.5	SI [25 °C – 800 °C]	SI [800 °C – 1000 °C]
			-	1000	1000	10	NO	SI
			28	1000	300	25	SI [1000 °C – 300 °C]	NO

Donde: Calentamiento: , Proceso Isotérmico: , Enfriamiento mediante convección forzada 

Experimento B; 4 ciclos.

Disociación

Se inició desde la temperatura ambiente con una tasa de calentamiento de 30 °C/min se llevó la muestra (x)SrCO₃/(1-x)CaCO₃ hasta 1000°C. Se realizó un proceso isotérmico durante 10 minutos, sucesivamente se enfrió mediante convección libre hasta 800° C, la temperatura ambiente se mantuvo a 25 °C con ayuda del aire acondicionado.

Se suministró un flujo de 1.5 L/min de gas nitrógeno durante todo el proceso. Con el sensor de dióxido de carbono se registró las PPM de CO₂ liberado. Después de enfriar hasta una temperatura de 800 °C se detuvo el suministro de gas nitrógeno.

Recombinación

A la temperatura de 800 °C, se comenzó a suministrar 1.5 L/min de gas de dióxido de carbono, hasta llegar a 1000 °C con una tasa de calentamiento de 30 °C/min. Se comenzó el proceso isotérmico durante 10 minutos. Al final del proceso isotérmico se comenzó a enfriar el horno hasta 800°C, por lo tanto, se cerró el suministro de gas dióxido de carbono y se comenzó a suministrar nitrógeno durante todo el proceso de enfriamiento.

Se realizó el proceso de disociación y recombinación hasta que se cumplieron 4 ciclos.

A continuación, el segundo experimento se resume en Tabla 9.

Tabla 9. Resumen del experimento B – 4 ciclos completos.

EXPERIMENTO B 4 CICLOS		Símbolo	dT/dt [°C/min]	T ₀ [°C]	T _f [°C]	t [min]	1.5 L/min	
							N ₂	CO ₂
1er ciclo	Disociación		30	25	1000	32.5	SI	NO
			-	1000	1000	10	SI	NO
			20	1000	800	10	SI	NO
	Recombinación		30	800	1000	6.66	NO	SI
			-	1000	1000	10	NO	SI
			20	1000	800	10	SI	NO
2do ciclo	Disociación		30	800	1000	6.66	SI	NO
			-	1000	1000	10	SI	NO
			20	1000	800	10	SI	NO
	Recombinación		30	800	1000	6.66	NO	SI
			-	1000	1000	10	NO	SI
			20	1000	800	10	SI	NO
3er ciclo	Disociación		30	800	1000	6.66	SI	NO
			-	1000	1000	10	SI	NO
			20	1000	800	10	SI	NO
	Recombinación		30	800	1000	6.66	NO	SI
			-	1000	1000	10	NO	SI
			20	1000	800	10	SI	NO
4to ciclo	Disociación		30	800	1000	6.66	SI	NO
			-	1000	1000	10	SI	NO
			20	1000	800	10	SI	NO
	Recombinación		30	800	1000	6.66	NO	SI
			-	1000	1000	10	NO	SI
			28	1000	300	25	SI	NO

Donde: Calentamiento: , Proceso Isotérmico: , Enfriamiento .

Experimento C; 4 ciclos.

Disociación

Se inició desde temperatura ambiente con una tasa de calentamiento de 30 °C/min se llevó la muestra (en caso de mezclas como (x)SrCO₃/(1-x)CaCO₃) hasta 1000°C o 950 °C para el CaCO₃. Se realizó un proceso isotérmico a 1000°C (SrCO₃) o de 950 °C (CaCO₃) durante 10 minutos y se dejó enfriar mediante convección libre hasta 900 °C (SrCO₃) o 850 °C (CaCO₃), se mantuvo la temperatura ambiente a 25 °C con ayuda del aire acondicionado.

Se suministró un flujo de 1.5 L/min de gas nitrógeno durante el calentamiento, proceso isotérmico y enfriamiento. Con el sensor de dióxido de carbono se registró las PPM de CO₂ liberado. Después de enfriar mediante convección libre hasta 900 °C (SrCO₃) / 850 °C (CaCO₃) se detuvo el suministro de gas nitrógeno.

Recombinación

A la temperatura de 900 °C (SrCO₃) o 850 °C (CaCO₃), se comenzó a suministrar 1.5 L/min de gas de dióxido de carbono hasta 1000 °C (SrCO₃) o 950 °C (CaCO₃), ambos con una tasa de calentamiento de 30 °C/min. Se realizó el proceso isotérmico durante 10 minutos a 900°C (SrCO₃) o 850 °C (CaCO₃). Al final del proceso isotérmico se comenzó a enfriar el horno hasta 900°C (SrCO₃) o 850 °C (CaCO₃), se cerró el suministro de gas dióxido de carbono y se suministró nitrógeno durante todo el proceso de enfriamiento.

Se realizó el proceso de disociación y recombinación hasta que se cumplan 4 ciclos. El tercer experimento se realizó para el SrCO₃ y se resumió en la Tabla 10.

Tabla 10. Resumen del experimento C – 4 ciclos completos.

EXPERIMENTO C 4 CICLOS-SrCO ₃		Símbolo	dT/dt [°C/min]	T ₀ [°C]	T _f [°C]	t [min]	N ₂		CO ₂	
							1.5 L/min			
1er ciclo	Disociación		30	25	1000	32.5	SI	NO	NO	NO
			-	1000	1000	10	SI	NO	NO	NO
			20	1000	900	5	SI	NO	NO	NO
	Recombinación		-	900	900	10	NO	SI	SI	SI
2do ciclo	Disociación		30	900	1000	3.33	SI	NO	NO	NO
			-	1000	1000	10	SI	NO	NO	NO
			20	1000	900	5	SI	NO	NO	NO
	Recombinación		-	900	900	10	NO	SI	SI	SI
3er ciclo	Disociación		30	900	1000	3.33	SI	NO	NO	NO
			-	1000	1000	10	SI	NO	NO	NO
			20	1000	900	5	SI	NO	NO	NO
	Recombinación		-	900	900	10	NO	SI	SI	SI
4to ciclo	Disociación		30	900	1000	3.33	SI	NO	NO	NO
			-	1000	1000	10	SI	NO	NO	NO
			20	1000	900	5	SI	NO	NO	NO
	Recombinación		-	900	900	10	NO	SI	SI	SI
			24.48	900	288	25	SI	NO	NO	NO

Donde: Calentamiento: , Proceso Isotérmico: , Enfriamiento: .

8. Resultados

8.1 *Horno eléctrico*

8.1.1 Caracterización térmica del horno eléctrico

El análisis radial se realizó en dos etapas, la resistencia eléctrica o fuente de calor es la división entre el análisis interno y externo del horno. El análisis interno se utilizó para conocer la distribución de temperatura en el horno mientras que el análisis externo nos proporcionó el espesor de aislamiento necesario para reducir las pérdidas de energía.

El análisis axial se realizó mediante simulaciones en COMSOL para determinar la longitud del tubo de acero del horno.

8.1.2 Transferencia de calor desde la fuente hacia el interior del horno.

Perfil de temperatura

El desarrollo para determinar el perfil de temperatura en función del radio en coordenadas cilíndricas fue el siguiente. El sistema incluye tres fenómenos de transferencia de calor; conducción, convección libre, convección forzada y radiación térmica.

A continuación, los parámetros que se utilizaron fueron:

k_a Conductividad térmica del tubo de acero inoxidable (ANSI 304): 28 W/m K (1000 °C).

k_b Conductividad térmica del tubo de alúmina (Al_2O_3): 8 W/m K (1000 °C).

h_{aire} Coeficiente de transferencia de calor por convección libre del aire: 5 W/m²K (25 °C).

h_{CO_2} Coeficiente de transferencia de calor por convección forzada del CO_2 : 25 W/m²K (1200 °C).

ϵ_a Emisividad térmica del tubo de acero inoxidable (ANSI 304): 0.7-0.8 (600 K-1000 K).

ϵ_b Emisividad térmica del tubo de alúmina (Al_2O_3): 0.65-0.45 (800 K-1400 K).

\dot{q}_s Flujo de calor suministrado en estado estacionario: 491.85 W/m².

r_1 Radio interior del tubo de acero inoxidable (ANSI 304): 7.8×10^{-3} m.

r_2 Radio exterior del tubo de acero inoxidable (ANSI 304): 10.6×10^{-3} m.

r_3 Radio interior del tubo de alúmina (Al_2O_3): 13×10^{-3} m.

r_4 Radio exterior del tubo de alúmina (Al_2O_3): 15.75×10^{-3} m.

$r_2 - r_1$ Espesor del tubo de acero inoxidable (ANSI 304): 2.8×10^{-3} m.

$r_3 - r_2$ Espacio de aire ambiental entre ambos tubos: 3×10^{-3} m.

$r_4 - r_3$ Espesor del tubo de alúmina (Al_2O_3): 2.75×10^{-3} m.

Las conductividades térmicas de los tubos, el coeficiente de transferencia de calor por convección libre del aire y las emisividades de cada tubo fueron extraídas del Cengel y Ghajar (2011).

La resistencia fue distribuida uniformemente en la superficie exterior del tubo de alúmina ($2\pi r_4 L$), la longitud que ocupó el devanado de la resistencia fue de 0.20 m.

Evidentemente el coeficiente h_{CO_2} no se determinó experimentalmente, sin embargo, su impacto fue despreciable en los resultados. Se demostró que este valor seleccionado no impactó en gran medida las experiencias realizadas.

Había un flujo de gas (h_{CO_2}) en el interior del tubo de acero (tubo de color negro), entre los tubos había un espacio de aire ambiental (h_{aire}), el tubo de alúmina y el tubo de acero nunca estuvieron en contacto.

El flujo de calor se determinó experimentalmente, en estado estacionario su valor fue de 491.85 W/m^2 . Se determinó desde la superficie de la fuente de calor y la pared interna del tubo de alúmina.

El sistema se muestra en la Figura 13.

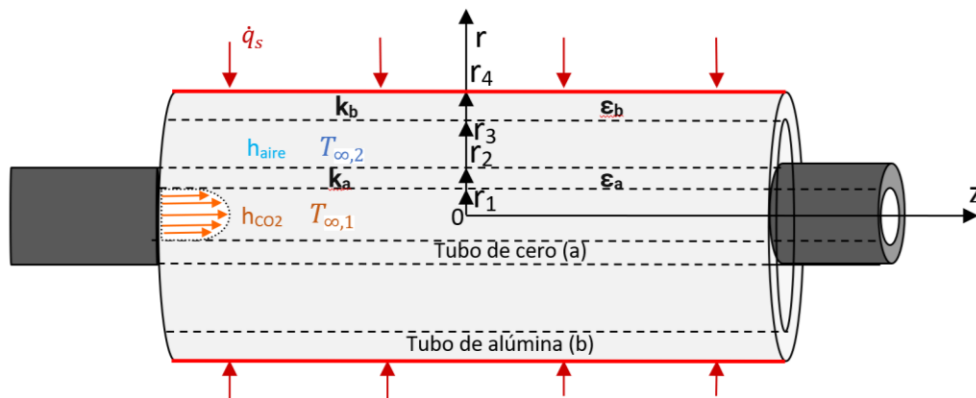


Figura 13. Esquema de los tubos concéntricos y el elemento calefactor.

El sistema se rige en coordenadas cilíndricas, por lo que el modelo se expresó como:

El modelado funciona para $r \leq r_4$

Consideraciones

- Estado estacionario, $\frac{\partial T}{\partial t} = 0$
- La temperatura angular es la misma, $\frac{\partial T}{\partial \phi} = 0$.

- No hay variación de temperatura de manera axial ($\frac{\partial T}{\partial z} = 0$, se analiza posteriormente).
- El sistema no genera energía, $\dot{e}_{gen} = 0$ (se le suministra).
- Conductividad térmica constante ($k=cte$).

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(rk \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial \phi} \left(rk \frac{\partial T}{\partial \phi} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(k \frac{\partial T}{\partial z} \right) + \dot{e}_{gen} = \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2)$$

Las condiciones de frontera fueron las siguientes;

$$T_{\infty,1} = 1000 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (3)$$

$$r = r_1; -k_a \frac{\partial T(r_1)}{\partial r} = h_{CO_2} [T_{\infty,1} - T(r_1)] + \varepsilon_a \sigma [T_{\infty,1}^4 - T(r_1)^4] \quad (4)$$

$$r = r_2; -k_a \frac{\partial T(r_2)}{\partial r} = h_{aire} [T_{\infty,2} - T(r_2)] + \varepsilon_a \sigma [T_{\infty,2}^4 - T(r_2)^4] \quad (5)$$

$$r = r_3; -k_b \frac{\partial T(r_3)}{\partial r} = h_{aire} [T_{\infty,2} - T(r_3)] + \varepsilon_b \sigma [T_{\infty,2}^4 - T(r_3)^4] \quad (6)$$

$$r = r_4; k_b \frac{\partial T(r_4)}{\partial r} = \dot{q}_s = 491.85 \frac{W}{m^2} \quad (7)$$

La ecuación general se reduce a lo siguiente:

$$\frac{1}{r} \frac{d}{dr} \left(r \frac{dT}{dr} \right) = 0 \quad (8)$$

Integrando se obtiene

$$\frac{dT(r)}{dr} = \frac{C_1}{r} \quad (9)$$

La solución general que describe el perfil de temperatura en coordenadas cilíndricas es;

$$T(r) = C_1 \ln(r) + C_2 \quad (10)$$

Debido a la pequeña separación entre los tubos, se puede suponer que la temperatura sobre la superficie externa del tubo de acero "T(r₂)" y la temperatura sobre la superficie interna del tubo de alúmina "T(r₃)" son aproximadamente igual a la temperatura del T_{∞,2}, por lo tanto:

$$T_{\infty,2} \approx T(r_2) \approx T(r_3) \quad (11)$$

Con las consideraciones mencionadas, las condiciones de frontera se plantean de la siguiente forma;

$$T_{\infty,1} = 1000 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$r = r_1; -k_a \frac{\partial T(r_1)}{\partial r} = h_{CO2}[T_{\infty,1} - T(r_1)] + \varepsilon_a \sigma [T_{\infty,1}^4 - T(r_1)^4] \quad (12)$$

$$r = r_2; -k_a \frac{\partial T(r_2)}{\partial r} = h_{aire}[T(r_3) - T(r_2)] + \varepsilon_a \sigma [T(r_3)^4 - T(r_2)^4] \quad (13)$$

$$r = r_3; -k_b \frac{\partial T(r_3)}{\partial r} = h_{aire}[T(r_2) - T(r_3)] + \varepsilon_b \sigma [T(r_2)^4 - T(r_3)^4] \quad (14)$$

$$r = r_4; k_b \frac{\partial T(r_4)}{\partial r} = \dot{q}_s = 491.85 \frac{W}{m^2} \quad (15)$$

Con la condición de frontera que se muestra en la ecuación (15) se puede determinar la primera constante de la solución general, es decir;

$$r = r_4; \quad k_b \frac{\partial T(r_4)}{\partial r} = k_b \frac{C_1}{r_4} = \dot{q}_s = 491.85 \frac{W}{m^2}$$

$$C_1 = \frac{\dot{q}_s r_4}{k_b}$$

$$C_1 = \frac{(491.85 \frac{W}{m^2})(15.75 \times 10^{-3} m)}{8 \frac{W}{m K}}$$

$$C_1 = 0.9683 K$$

Para poder determinar la segunda constante de integración de la solución general, se suman dimensionalmente los fenómenos ocurridos en el sistema.

$$T_{\infty,1} = 1000 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$r = r_1; -k_a \frac{C_1}{r_1} = h_{CO2}[T_{\infty,1} - T(r_1)] + \varepsilon_a \sigma [T_{\infty,1}^4 - T(r_1)^4] \quad \left[\frac{W}{m^2} \right] \quad (16)$$

$$r = r_2; -k_a \frac{C_1}{r_2} = h_{aire}[T(r_3) - T(r_2)] + \varepsilon_a \sigma [T(r_3)^4 - T(r_2)^4] \quad \left[\frac{W}{m^2} \right] \quad (17)$$

$$r = r_3; -k_b \frac{C_1}{r_3} = h_{aire}[T(r_2) - T(r_3)] + \varepsilon_b \sigma [T(r_2)^4 - T(r_3)^4] \quad \left[\frac{W}{m^2} \right] \quad (18)$$

$$r = r_4; \quad k_b \frac{C_1}{r_4} = \dot{q}_s = 491.85 \quad \left[\frac{W}{m^2} \right] \quad (19)$$

Procederemos a sumar la serie lineal de fenómenos de la siguiente manera.

$$\begin{aligned}
& -k_a \frac{C_1}{r_1} - k_a \frac{C_1}{r_2} - k_b \frac{C_1}{r_3} + k_b \frac{C_1}{r_4} \\
& = h_{CO_2} [T_{\infty,1} - T(r_1)] + \varepsilon_a \sigma [T_{\infty,1}^4 - T(r_1)^4] + h_{aire} [T(r_3) - T(r_2)] \\
& + \varepsilon_a \sigma [T(r_3)^4 - T(r_2)^4] + h_{aire} [T(r_2) - T(r_3)] + \varepsilon_b \sigma [T(r_2)^4 - T(r_3)^4] \\
& + \dot{q}_s
\end{aligned}$$

Considerando que a 1000 °C la $\varepsilon_a \approx \varepsilon_b \approx 0.7$, que las superficies tienen la misma temperatura y el fenómeno de radiación en estas superficies sucede en sentido contrario.

$$\begin{aligned}
& \frac{\dot{q}_s r_4}{k_b} \left[-k_a \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) - k_b \left(\frac{1}{r_3} - \frac{1}{r_4} \right) \right] \\
& = h_{CO_2} [T_{\infty,1} - T(r_1)] + \varepsilon_a \sigma [T_{\infty,1}^4 - T(r_1)^4] + \dot{q}_s \quad \left[\frac{W}{m^2} \right]
\end{aligned} \tag{20}$$

Sustituyendo todos los datos conocidos

$$\begin{aligned}
& \frac{491.85 \frac{W}{m^2} (15.75 \times 10^{-3} m)}{8 \frac{W}{m K}} \left[-28 \frac{W}{m K} \left(\frac{1}{7.8 \times 10^{-3} m} + \frac{1}{10.6 \times 10^{-3} m} \right) \right. \\
& \quad \left. - 8 \frac{W}{m K} \left(\frac{1}{13 \times 10^{-3} m} - \frac{1}{15.75 \times 10^{-3} m} \right) \right] \\
& = 25 \frac{W}{m^2 K} [1273.15 K - T(r_1)] \\
& + 0.7 (5.67 \times 10^{-8} \frac{W}{m^2 K^4}) [(1273.75 K)^4 - T(r_1)^4] + 491.85 \frac{W}{m^2}
\end{aligned}$$

La incógnita es la temperatura $T(r_1)$, el valor de la temperatura de la superficie interna del tubo de acero será:

$$T(r_1) = 1291.57 K$$

Con ayuda de la solución general (10) y la constante C_1 , se determina la constante C_2 .

$$T(r) = C_1 \ln(r) + C_2$$

$$T(r_1) = C_1 \ln(r_1) + C_2 = 1291.57 K$$

$$C_2 = 1291.57 K - 0.9683 K * \ln(7.8 \times 10^{-3} m)$$

$$C_2 = 1296.27 K$$

La solución particular que representa al perfil de temperatura desde la fuente de calor hacia el interior del horno es la siguiente:

$$T(r) = 0.9683 K * \ln(r) + 1296.27 K \tag{21}$$

O bien,

$$T(r) = 0.9683 \text{ °C} * \ln(r) + 1023.12 \text{ °C} \tag{22}$$

El perfil de temperatura es una aproximación confiable a pesar de que se hicieron las siguientes consideraciones:

$$T_{\infty,2} \approx T(r_2) \approx T(r_3)$$

$$\varepsilon_a \approx \varepsilon_b \approx 0.7$$

A continuación, en la Tabla 11 se demostró que ambas consideraciones pueden realizarse sin tener una gran diferencia en el resultado final ya que la diferencia de temperaturas fue de apenas unas centésimas de grados entre la superficie interna del tubo de alúmina y la superficie externa del tubo de acero.

Tabla 11. Temperaturas en función del radio desde la fuente de calor hacia el interior del horno.

Zona	r [m]	T(r) [°C]
Radio exterior del tubo de alúmina (r ₄)	1.58E-02	1019.10
Radio interior del tubo de alúmina (r ₃)	1.30E-02	1018.91
Radio exterior del tubo de acero (r ₂)	1.06E-02	1018.72
Radio interior del tubo de acero (r ₁)	7.80E-03	1018.42
Dentro del tubo de acero (r < r ₁)	5.00E-03	1017.99
	4.00E-03	1017.77
	3.00E-03	1017.50
	2.00E-03	1017.10
	1.00E-03	1016.43
	1.00E-04	1014.20
	1.00E-05	1011.97
	1.00E-07	1007.51
1.00E-10	1000.82	

En Figura 14, se observó que la temperatura aumenta conforme te acercas a la fuente de calor y disminuye hacia el centro del cilindro.

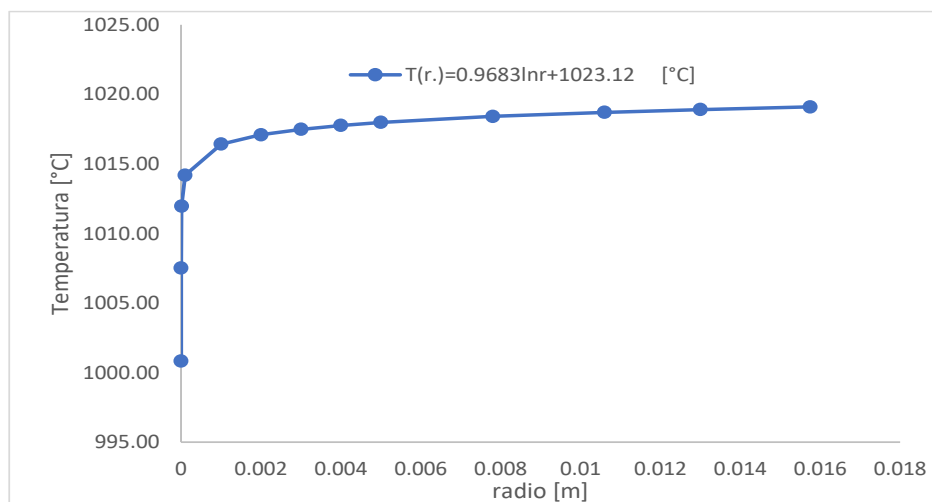


Figura 14. Comportamiento térmico desde el elemento calefactor hacia el interior.

Por último, se demostró que el valor propuesto para el coeficiente de transferencia de calor por convección forzada del CO₂ (h_{CO_2}) dentro del tubo de acero no impacta demasiado a la temperatura interna de la muestra.

Con la ecuación (20)

$$\frac{\dot{q}_s r_4}{k_b} \left[-k_a \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) - k_b \left(\frac{1}{r_3} - \frac{1}{r_4} \right) \right] = h_{CO_2} [T_{\infty,1} - T(r_1)] + \varepsilon_a \sigma [T_{\infty,1}^4 - T(r_1)^4] + \dot{q}_s \quad \left[\frac{W}{m^2} \right]$$

Se procedió a variar el valor de h_{CO_2} con valores que oscilan desde 25 W/m² K hasta 250 W/m² K, valores característicos de convección forzada en gases según el libro de Transferencia de Calor y Masa, Fundamentos y Aplicaciones. A. Çengel 4ta edición, tabla 1-5, pagina 26, (Çengel & Ghajar, 2011).

Sustituyendo todos los datos conocidos y considerando un valor de $h_{CO_2}=50$, 100, 150, 200 y 250 W/m² K, se obtuvieron los datos de la Tabla 12 y se grafican en la Figura 15.

$$\begin{aligned} & \frac{491.85 \frac{W}{m^2} (15.75 \times 10^{-3} m)}{8 \frac{W}{m K}} \left[-28 \frac{W}{m K} \left(\frac{1}{7.8 \times 10^{-3} m} + \frac{1}{10.6 \times 10^{-3} m} \right) \right. \\ & \quad \left. - 8 \frac{W}{m K} \left(\frac{1}{13 \times 10^{-3} m} - \frac{1}{15.75 \times 10^{-3} m} \right) \right] \\ & = 50 \frac{W}{m^2 K} [1273.15 K - T(r_1)] \\ & \quad + 0.7 (5.67 \times 10^{-8} \frac{W}{m^2 K^4}) [(1273.75 K)^4 - T(r_1)^4] + 491.85 \frac{W}{m^2} \\ & T(r_1) = 1290.39 K \end{aligned}$$

Tabla 12. Comportamiento térmico en función del coeficiente de transferencia de calor por convección forzada del CO₂.

h [W/m ² K]	T (r1) [K]	T (r1) [°C]
25	1291.57	1018.42
50	1290.39	1017.24
100	1288.44	1015.29
150	1286.87	1013.72
200	1285.6	1012.45
250	1284.54	1011.39

El comportamiento gráfico se muestra a continuación

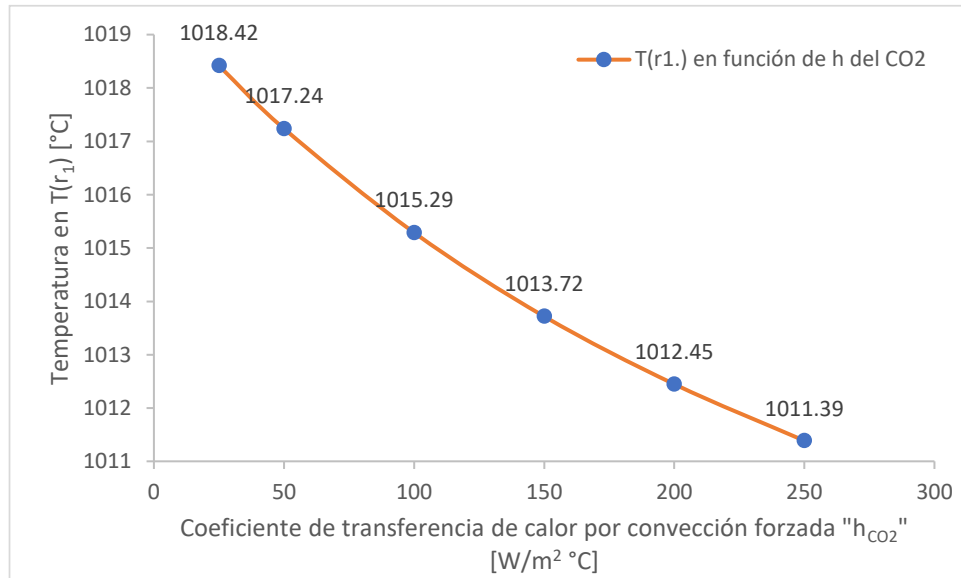


Figura 15. Temperatura en la pared interna del tubo de acero vs convección forzada (h_{CO_2}).

8.1.3 Transferencia de calor desde la fuente hacia el exterior del horno.

Cálculo del espesor del aislamiento

La colcha de alúmina es el aislante térmico que reduce las pérdidas de calor hacia el medio ambiente, revisar la Figura 16. Por tal motivo, se procedió a determinar el espesor de aislamiento de la siguiente manera.



Figura 16. Aislante colcha de alúmina.

Datos:

\dot{q}_s Flujo de calor suministrado en estado estacionario: 491.85 W/m^2

$k_{\text{alúmina}}$ Conductividad térmica de aislante colcha de alúmina: $0.25 \text{ W/m } ^\circ C$ ($1000 \text{ } ^\circ C$).

- k_{pvc} Conductividad térmica de tubo de PVC: 0.20 W/m K (25 °C).
- h_{aire} Coeficiente de transferencia de calor por convección libre del aire: 5 W/m² K (25 °C).
- ϵ_{pvc} Emisividad térmica del tubo de PVC: 0.93 (25 °C).
- r_4 Radio exterior del tubo de alúmina (Al₂O₃): 15.75x10⁻³ m.
- r_5 Radio exterior la resistencia eléctrica o fuente de calor: 22.025x10⁻³ m.
- r_6 Radio exterior del aislante colcha de alúmina: desconocido [m].
- r_7 Radio exterior de tubo de PVC: desconocido [m].

El esquema de la Figura 17 muestra un corte transversal del horno.

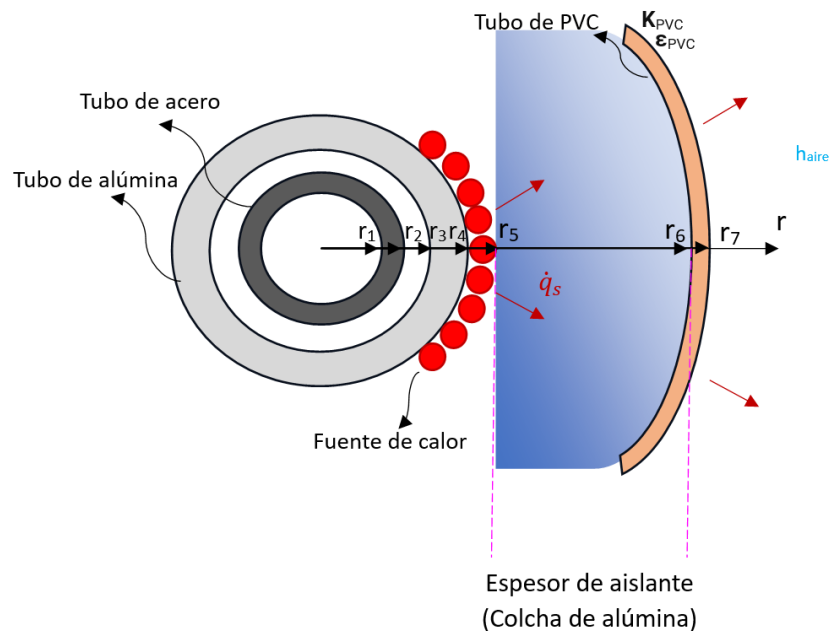


Figura 17. Esquema para determinar el espesor de aislamiento.

Análisis termodinámico desde $r_5 \leq r \leq r_7$

Consideraciones

- Estado estacionario, $\frac{\partial T}{\partial t} = 0$
- La temperatura angularmente es la misma, $\frac{\partial T}{\partial \phi} = 0$.
- No hay variación de temperatura de manera axial ($\frac{\partial T}{\partial z} = 0$, se analiza posteriormente).
- El sistema no genera energía, $\dot{e}_{gen} = 0$ (se le suministra).
- Conductividad térmica constante (k=cte).

La ecuación general en coordenadas cilíndricas será:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(rk \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial \phi} \left(rk \frac{\partial T}{\partial \phi} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(k \frac{\partial T}{\partial z} \right) + \dot{e}_{gen} = \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (23)$$

Condiciones de frontera

$$r = r_5; \quad \dot{q}_s = k_{alúmina} \frac{\partial T(r_5)}{\partial r} \quad (24)$$

$$r = r_6; \quad k_{alúmina} \frac{\partial T(r_6)}{\partial r} = k_{pvc} \frac{\partial T(r_6)}{\partial r} \quad (25)$$

$$r = r_7; \quad k_{pvc} \frac{\partial T(r_7)}{\partial r} = h_{aire} [T(r_7) - T_{alred}] + \varepsilon_{pvc} \sigma [T(r_7)^4 - T_{alred}^4] \quad (26)$$

La ecuación general se reduce a lo siguiente:

$$\frac{1}{r} \frac{d}{dr} \left(r \frac{dT}{dr} \right) = 0 \quad (27)$$

Integrando se obtiene

$$\frac{dT(r)}{dr} = \frac{C_3}{r} \quad (28)$$

El flujo de calor de la ecuación (24) es el mismo para todas las paredes del horno. Por lo tanto, se puede sustituir en la condición de frontera de la ecuación (26).

$$\dot{q}_s = h_{aire} [T(r_7) - T_{alred}] + \varepsilon_{pvc} \sigma [T(r_7)^4 - T_{alred}^4] \quad (29)$$

Sustituyendo los valores conocidos en la ecuación (29) se aprecia que la incógnita es $T(r_7)$.

$$491.85 \frac{W}{m^2} = 5 \frac{W}{m^2 K} [T(r_7) - 25^\circ C] + 0.93 (5.67 \times 10^{-8} \frac{W}{m^2 K^4}) [(T(r_7) + 273.15 K)^4 - (25^\circ C + 273.15 K)^4]$$

Resolviendo se obtiene que

$$T(r_7) = 66.44^\circ C$$

Con la condición de frontera de la ecuación (24) se conoce el valor de la diferencial de temperatura para el exterior de la fuente de calor.

$$\frac{\partial T(r_5)}{\partial r} = \frac{\dot{q}_s}{k_{alúmina}} = \frac{481.85 \frac{W}{m^2}}{0.25 \frac{W}{m^\circ C}} = 1927.4 \frac{^\circ C}{m}$$

Con la ecuación (28) se determina el valor de la constante C_3

$$\frac{dT(r_5)}{dr} = \frac{C_3}{r_5}$$

Sustituyendo los datos conocidos

$$C_3 = r_5 * \frac{dT(r_5)}{dr} = 22.025 \times 10^{-3} m \left(1927.4 \frac{^\circ C}{m} \right) = 42.45 \text{ } ^\circ C$$

Se determina el valor de la constante

$$C_3 = 42.45 \text{ } ^\circ C$$

La ecuación (26) proporciona el valor de la diferencial de temperatura del exterior del tubo de PVC.

$$\frac{\partial T(r_7)}{\partial r} = \frac{1}{k_{pvc}} h_{aire} [T(r_7) - T_{alred}] + \varepsilon_{pvc} \sigma [T(r_7)^4 - T_{alred}^4]$$

Sustituyendo los valores conocidos

$$\begin{aligned} \frac{\partial T(r_7)}{\partial r} = \frac{1}{0.20} \left\{ 5 \frac{W}{m^2 K} [66.44 \text{ } ^\circ C - 25 \text{ } ^\circ C] \right. \\ \left. + 0.93 (5.67 \times 10^{-8} \frac{W}{m^2 K^4}) [66.44 \text{ } ^\circ C + 273.15 \text{ K}]^4 \right. \\ \left. - (25 \text{ } ^\circ C + 273.15 \text{ K})^4 \right\} \end{aligned}$$

Obteniendo el valor de

$$\frac{\partial T(r_7)}{\partial r} = 2458.94 \frac{K}{m}$$

La condición de frontera que se plantea en la ecuación (28) ayuda a determinar el diámetro exterior del horno.

$$\frac{dT(r_7)}{dr} = \frac{C_3}{r_7}$$

Despejando el radio exterior del horno (r_7) y sustituyendo los valores conocidos.

$$r_7 = \frac{C_3}{\frac{dT(r_7)}{dr}} = \frac{42.45 \text{ } ^\circ C + 273.15 \text{ K}}{2458.94 \text{ K}}$$

Se determina que

$$r_7 = 0.1283 \text{ m}$$

Si el horno se introduce dentro del tubo de PVC cuyo espesor es de 0.05 m se determina el radio interno del tubo de PVC.

$$r_6 = r_7 - 0.05 \text{ m} = 0.1233 \text{ m}$$

Finalmente, el espesor del aislante se determina de la siguiente manera.

$$r_6 - r_5 = 0.1233 \text{ m} - 0.022025 \text{ m}$$

$$r_6 - r_5 = 0.101275 \text{ m}$$

Considerando que cada capa de colcha de alúmina es de 0.0254 m

$$\frac{0.101275 \text{ m}}{0.0254 \text{ m}} \cong 3.9872 \text{ (capas de aislamiento)}$$

el horno debe tener al menos 4 capas de aislamiento.

8.1.4 Diseño y construcción del sistema de enfriamiento.

Se utilizó tubería de gas de cobre flexible, 20 litros de agua como fluido refrigerante (fácil accesibilidad) y un dispositivo (refrigerador) que proporcionó distintas temperaturas de enfriamiento (3°C - 20°C). Las características de la tubería de cobre se aprecian en Tabla 13.

Tabla 13. Serpentin de cobre para sistema de enfriamiento.

l (m)	d _{nom} (m)	κ (W/m K)	c _p (J/kg K)	T _F (K)	α (10 ⁻⁶ m ² /s)
5	0.00635	401	385	1356	117

La energía extraída por el sistema de refrigeración fue irrelevante, la intención fue enfriar el compuesto químico para poder extraerlo y pesarlo. Lo que sí fue importante analizar fue la posición del serpentín ya que las temperaturas experimentales están por encima del punto de fusión del cobre.

Por tal motivo, se procedió a determinar el perfil de temperatura desde la fuente de calor hacia el exterior del horno.

8.1.5 Modelado del horno.

Hasta este punto se cuenta con cuatro datos relevantes del horno, la temperatura sobre superficie de la resistencia y la temperatura del exterior de la carcasa de PVC que se obtuvieron experimentalmente. Así como el espesor de aislamiento (propuesto experimentalmente y determinado teóricamente) y la carcasa de PVC con espesor conocido. El esquema del diagrama se observa en la Figura 18.

Datos:

$T(r_5)$ Temperatura de la superficie externa de la fuente de calor; 1019.10 °C.

$T(r_7)$ Temperatura en el exterior de la carcasa de PVC; 66.44 °C.

r_5 Radio de la superficie externa de la fuente de calor; 22.025×10^{-3} m.

r_7 Radio externo de la carcasa de PVC; 128.3×10^{-3} m.

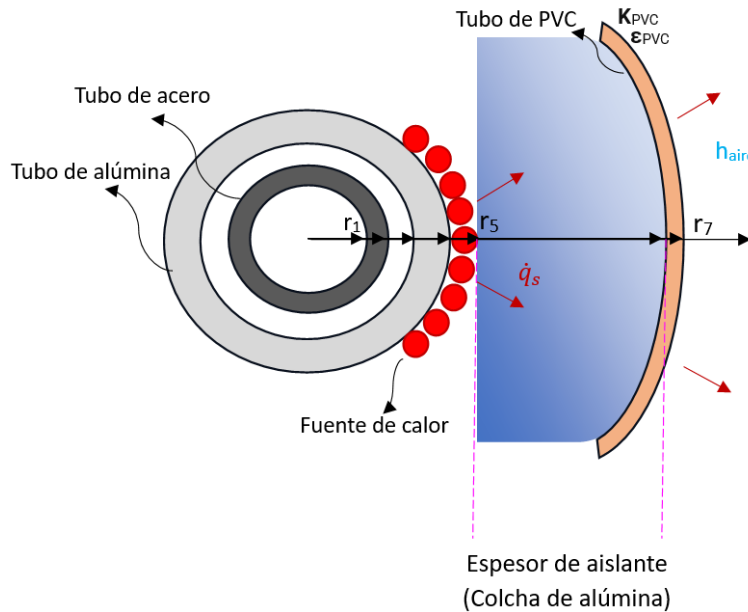


Figura 18. Esquema para determinar la posición del sistema de enfriamiento.

Análisis termodinámico desde $r_5 \leq r \leq r_7$

Consideraciones

- Estado estacionario, $\frac{\partial T}{\partial t} = 0$
- La temperatura angular es la misma, $\frac{\partial T}{\partial \phi} = 0$.
- No hay variación de temperatura de manera axial ($\frac{\partial T}{\partial z} = 0$, se analiza posteriormente).
- El sistema no genera energía, $\dot{e}_{gen} = 0$ (se le suministra).
- Conductividad térmica constante ($k = cte$).

El sistema se rige en coordenadas cilíndricas, por lo que el modelo se expresa como:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(rk \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial \phi} \left(rk \frac{\partial T}{\partial \phi} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(k \frac{\partial T}{\partial z} \right) + \dot{e}_{gen} = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (30)$$

La ecuación general se reduce a lo siguiente:

$$\frac{1}{r} \frac{d}{dr} \left(r \frac{dT}{dr} \right) = 0 \quad (31)$$

Integrando se obtiene

$$\frac{dT(r)}{dr} = \frac{C_4}{r} \quad (32)$$

La solución general que describe el perfil de temperatura en coordenadas cilíndricas es;

$$T(r) = C_4 \ln(r) + C_5 \quad (33)$$

Con la ecuación se obtienen el siguiente sistema de ecuaciones:

$$T(r_5) = C_4 \ln(r_5) + C_5 \quad (34)$$

$$T(r_7) = C_4 \ln(r_7) + C_5 \quad (35)$$

Sustituyendo los valores conocidos

$$1019.10 \text{ } ^\circ\text{C} = C_4 \ln(22.025 \times 10^{-3}) + C_5$$

$$66.44 \text{ } ^\circ\text{C} = C_4 \ln(128.3 \times 10^{-3}) + C_5$$

Resolviendo el sistema de ecuaciones el valor de las constantes es

$$C_4 = -540.61 \text{ } ^\circ\text{C} , \quad C_5 = -1043.64 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Sustituyendo las constantes en la ecuación (33) se obtiene el perfil de temperatura desde la superficie de la fuente de calor (r_5) hacia el exterior del horno (r_7).

$$T(r) = -540.61 \text{ } ^\circ\text{C} * \ln(r) - 1043.64 \text{ } ^\circ\text{C} , \quad r_5 < r < r_7, r \text{ [m]}. \quad (36)$$

Con el perfil de temperatura de la ecuación (36) se graficó el comportamiento térmico a través del aislamiento de colcha de alúmina y se identificó la zona en la cual el serpentín de cobre se puede colocar para prolongar su vida útil debido a su punto de fusión ($1082.85 \text{ } ^\circ\text{C}$) y la alta temperatura que se trabaja ($>1000 \text{ } ^\circ\text{C}$). En la Tabla 14 nos damos cuenta de que la temperatura a una pulgada de distancia de la fuente de calor es de $604.47 \text{ } ^\circ\text{C}$.

Tabla 14. Comportamiento térmico a lo largo del aislamiento colcha de alúmina.

Zona	r [m]	T(r) [°C]
Radio exterior de la fuente de calor (r5)	0.022025	1019.10
r5+ 1 pulgada de colcha de alúmnina	0.047425	604.47
r5+ 2 pulgada de colcha de alúmnina	0.072825	372.59
r5+ 3 pulgada de colcha de alúmnina	0.098225	210.84
r5+ 4 pulgada de colcha de alúmnina	0.123625	86.51

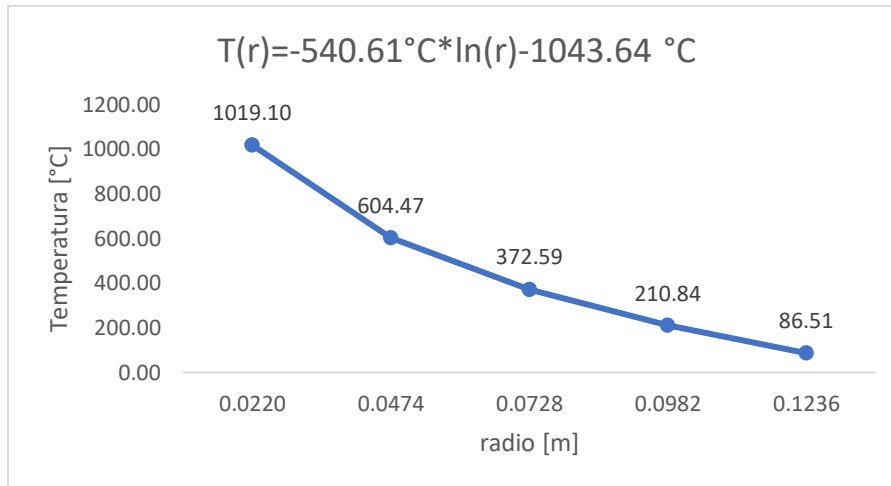


Figura 19. Perfil de temperatura desde la fuente de calor hacia el exterior (4 capas de colcha de alúmina).

Con base al comportamiento térmico de la Figura 19 a lo largo del aislante se propuso colocar un sistema de refrigeración separado en una pulgada de la fuente de calor (resistencia), protegiendo el serpentín de cobre con colcha de alúmina y así, prolongar su la vida útil, el sistema instalado se observa en la Figura 20.

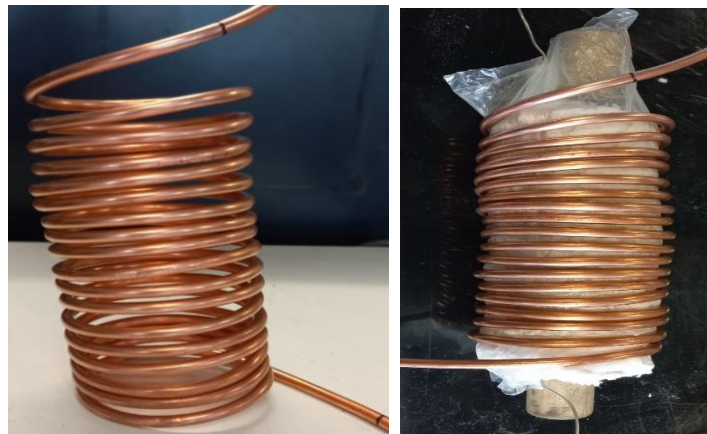


Figura 20. a) Tubería de cobre flexible de ¼ in. b) Serpentín instalado.

8.1.6 Análisis térmico axial para determinar la longitud del tubo de acero.

La longitud del tubo de acero se determinó con simulación en COMSOL, los datos utilizados para realizar la simulación se muestran en la Figura 21.

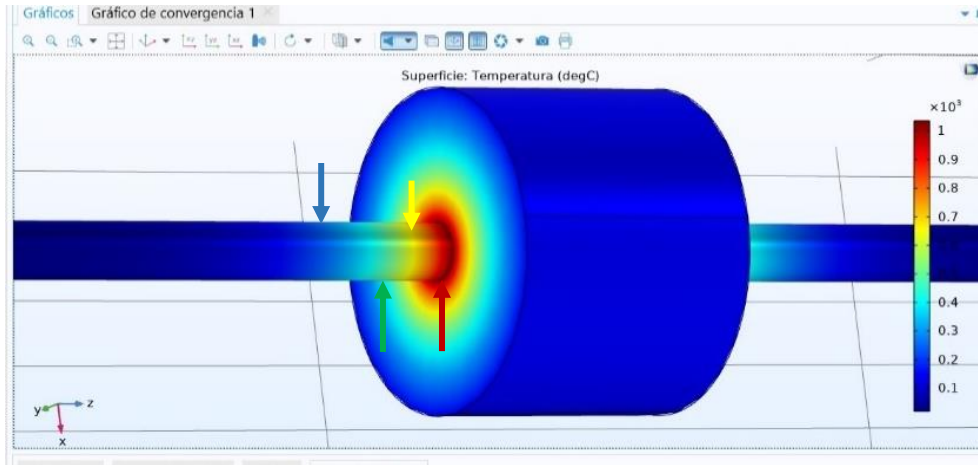


Figura 21. Parámetros para determinar la longitud del tubo de acero.

La simulación de la Figura 22 muestra que a 0.30 metros la temperatura superficial del tubo de acero es de aproximadamente 100 °C. Por tal motivo, se propone un tubo de 0.50 metros de longitud para el horno.

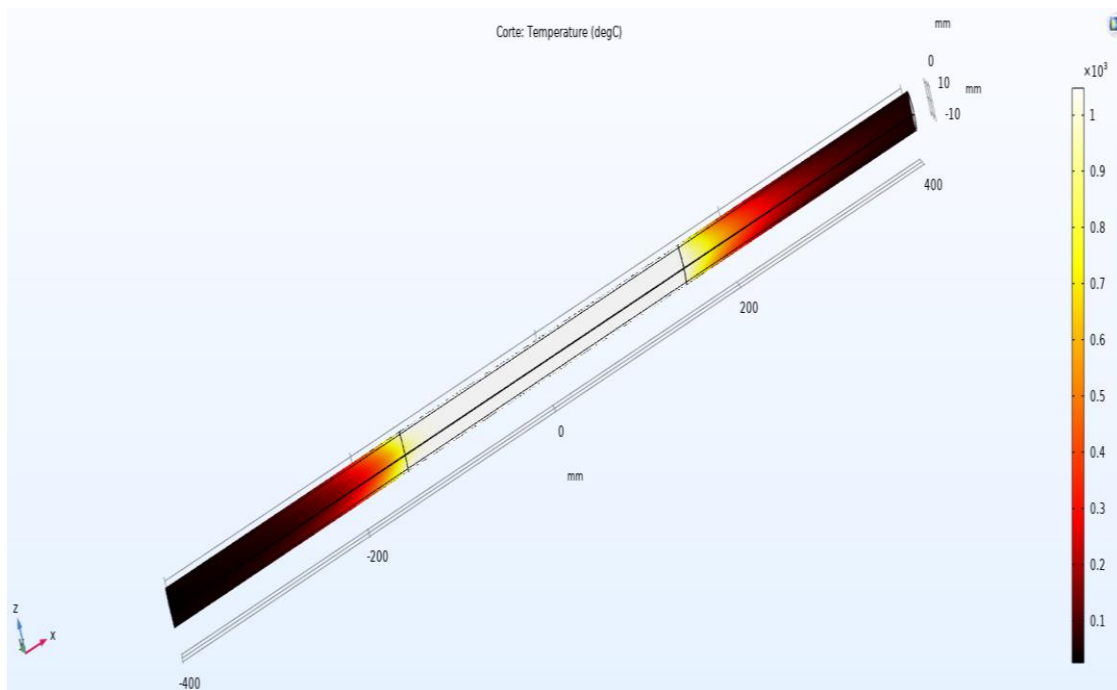


Figura 22. Perfil de temperatura del tubo de acero.

Como ilustración extra se mostro el perfil de velocidad del gas dióxido de carbono y cómo éste se fue calentando conforme viaja en el interior del tubo de acero, revisar la Figura 23.

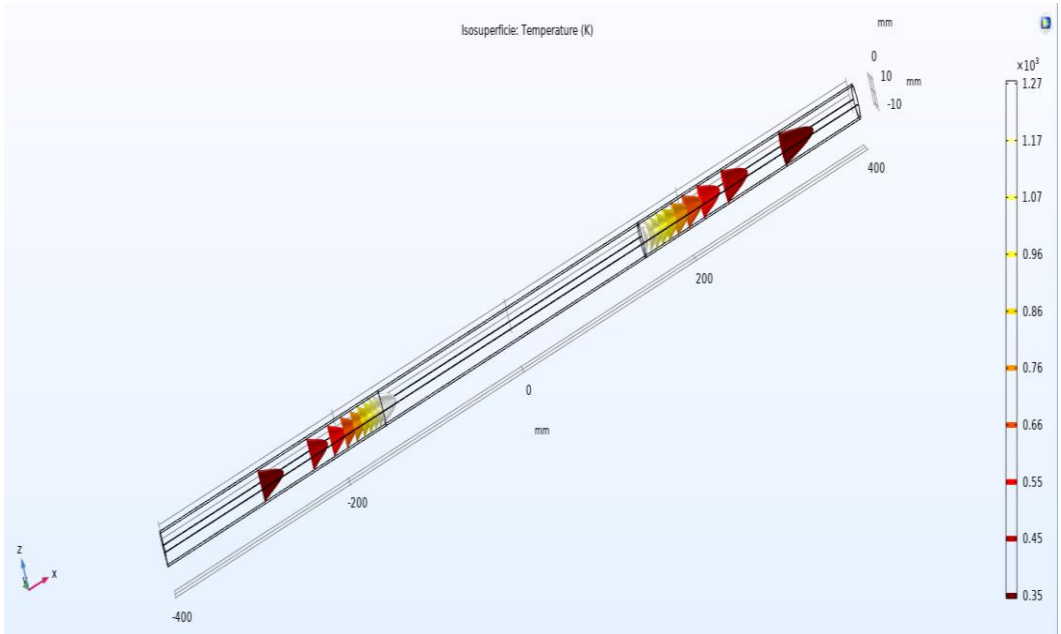


Figura 23. Perfil de velocidad y temperatura del Dióxido de Carbono para el tubo de acero.

8.2 Implementación y análisis del sistema de control.

8.2.1 Pruebas de verificación PID

El sistema de control con los equipos utilizados para las experiencias preliminares se ilustran en la Figura 24. A continuación, se muestra la distribución real del sistema global en la Figura 25. Los cálculos para el flujo de gas de arrastre se plantearon en el Apéndice 3.

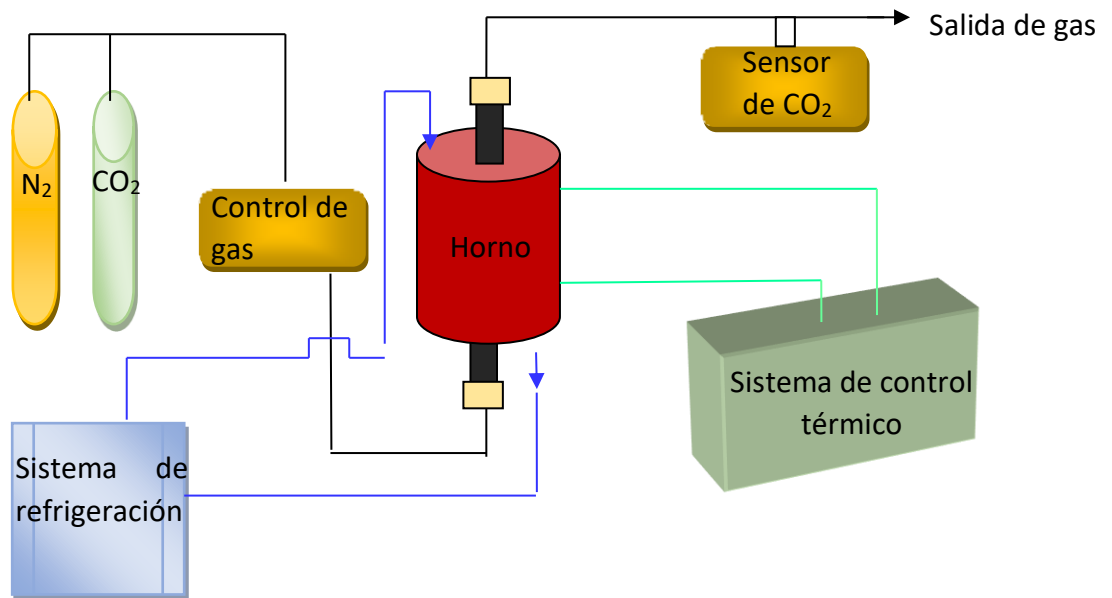


Figura 24. Sistema de refrigeración, sistema de control y suministro de gases.

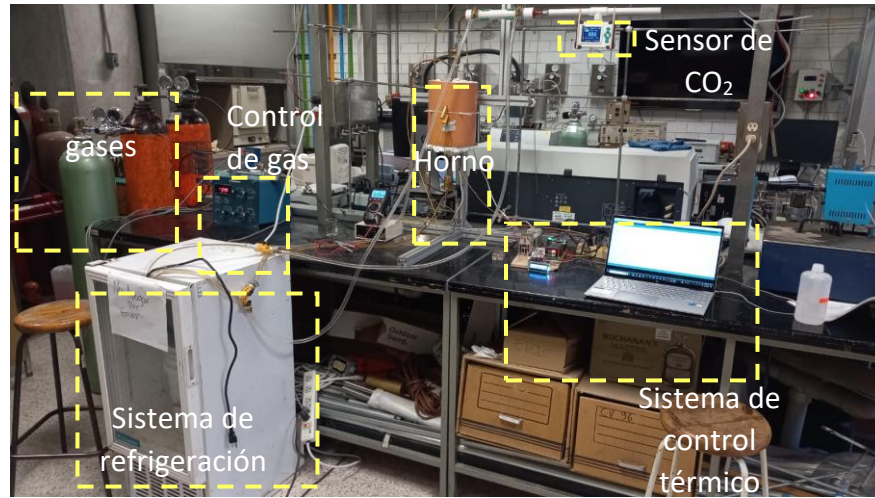


Figura 25. Imagen en tiempo real del sistema global

Se realizaron varias pruebas para verificar que las constantes PID fueron las adecuadas para el sistema de control. Se realizó un ciclo completo; calentamiento controlado, un proceso isotérmico y el enfriamiento, los detalles de la prueba fueron planteados en la Tabla 15.

Tabla 15. Prueba de las constantes de control PID (K_p , K_i y K_d).

Parámetros							
V=127 Volts		I=11.3 Amperes			P _e =1.435 kW		
K _p = 0.002018		K _i = 0.0000002107			K _d = 0.0005		
T ₀ [°C]	T _f , teórica [°C]	T _f , real [°C]	dT/dt [°C/min]	T muestreo [s/dato]			
24.5	1000	1003	39	1			
		0.29 % de error respecto a T _f , teórica					
Datos teóricos y experimentales							
Calentamiento		Proceso isotérmico		Enfriamiento			
		interior	Exterior		Serpentín	resistencia	
		T _{horno} [°C]	1000	31	T _i [°C]	518	1006.25
					T _f [°C]	20	280.75
t _{dT/dt>0} , teórico [min]	t _{dT/dt>0} , real [min]	t _{dT/dt=0} , propuesto [min]	t _{dT/dt=0} , real [min]		t _{dT/dt<0}		t _{dT/dt<0} [min]
25.01	26.99	20	20		T _i [°C]	3	25
					T _f [°C]	12	

El comportamiento térmico del horno se mostró en la Figura 26.

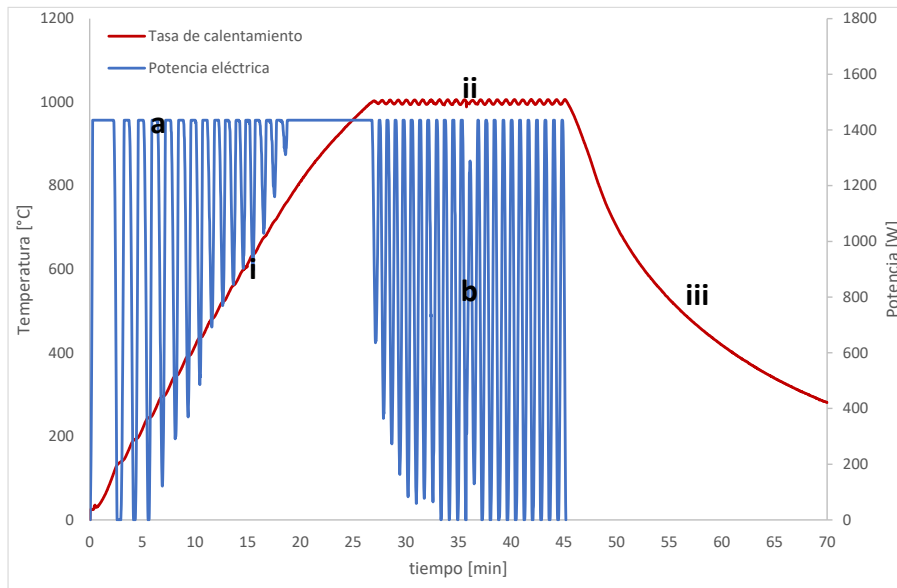


Figura 26. Comportamiento del sistema de control y el termopar sobre la fuente de calor.

La tasa de calentamiento aparentó ser lineal, la temperatura inicial fue de 24.5 °C, la temperatura antes de que comience el proceso isotérmico fue de 1003 °C y el tiempo total de calentamiento fue de 26.99 minutos. Por lo tanto, la tasa de calentamiento real fue de 36.25 °C/min. Esta tasa de calentamiento posee un error del 7.05 % respecto a la tasa de calentamiento indicada en el sistema de control (39 °C/min), se calculó simplemente con los datos finales, ver la Figura 27. Por otro lado, se calculó mediante una línea de tendencia el comportamiento al ir incrementando la temperatura y el error es muy pequeño respecto al calentamiento, con un valor de 0.31%. Además, aparte del error de la tasa de calentamiento se observó que existe un comportamiento sinusoidal en la potencia suministrada (sección "a"). Esta zona corresponde la potencia eléctrica utilizada por el horno, el sistema de control acciona paulatinamente el relevador de estado sólido mostrando este comportamiento, ver la Figura 27. Para esta experiencia se utilizó una potencia de 1435 W (se determinó experimentalmente que la potencia promedio para el proceso de calentamiento desde temperatura ambiente hasta los 1000 °C fue de 1217.89 W), inicialmente se trabajó con una potencia de 2,000 kW pero se redujo con ayuda de un dimmer y se grafica en función de la respuesta del convertidor analógico de 255 impulsos eléctricos al ocupar toda la potencia suministrada (sección "i"). Con este dato, se obtiene la potencia suministrada por impulso eléctrico utilizado en el SSR y se grafica en la Figura 27.

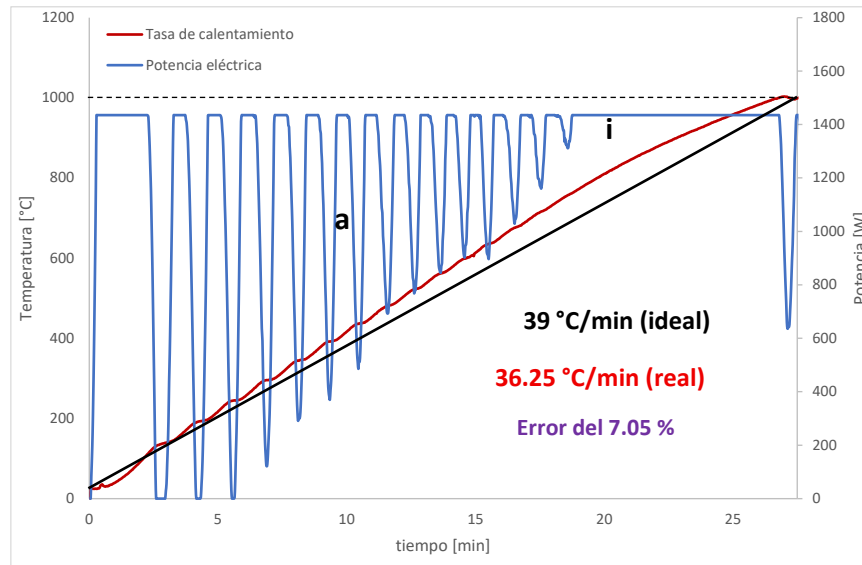


Figura 27. Ampliación de la curva de calentamiento y de la potencia eléctrica utilizada.

El proceso isotérmico de la Figura 28 mostró un comportamiento sinusoidal en la potencia eléctrica, en promedio se utilizaron 794.45 W para mantener este proceso isotérmico. El comportamiento sinusoidal en principio se debe a la respuesta del control debido a que manda potencia extra para recuperar las pérdidas, misma que al alcanzar la isoterma el sistema de control se apaga y la inercia térmica genera este comportamiento; existe una pequeña amplitud que corresponde al error obtenido respecto a la isoterma teórica (1000°C), se obtiene un error de control del 0.53 % por encima de la isoterma y de 0.59 % por debajo de la misma, es decir, un comportamiento térmico de $1000\text{ °C} \pm 6\text{ °C}$. En la Figura 29 se realizó un acercamiento del proceso isotérmico con la finalidad de apreciar el ligero error de control.

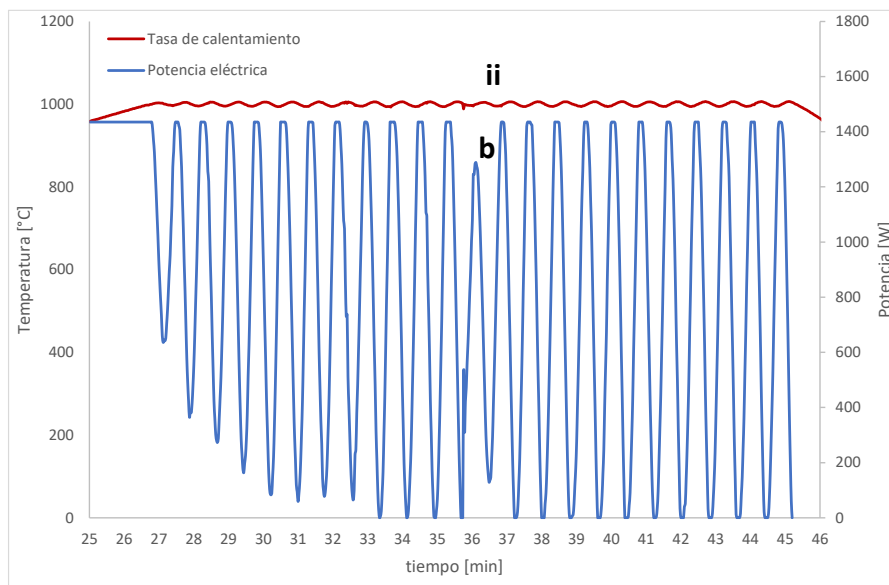


Figura 28. Proceso isotérmico

A continuación, se logra apreciar aún más el comportamiento sinusoidal en una ampliación del proceso isotérmico de la Figura 28 en la Figura 29.

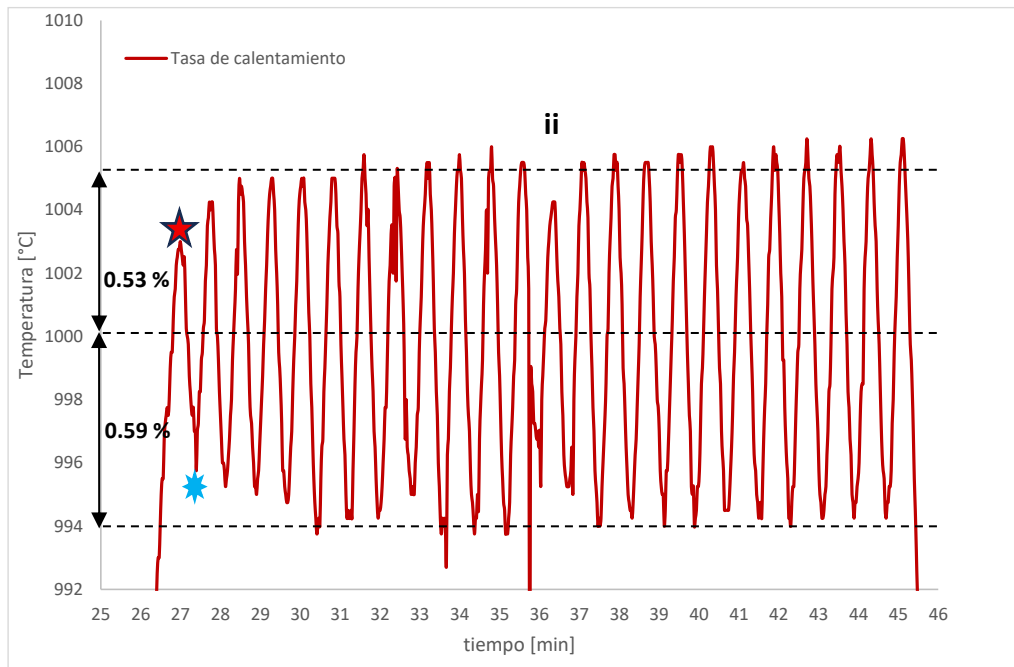


Figura 29. Ampliación de la curva de calentamiento en el proceso isotérmico.

En la Figura 28 se apreció que en pequeños intervalos de tiempo el sistema de control activa y apaga el relevador de estado sólido, tratando de mantener la isoterma indicada (sección “b”). Conforme paso el tiempo, el sistema de control trató de compensar las pérdidas térmicas suministrando más energía.

Con los puntos máximos y mínimos de Figura 29 se determinó la isoterma promedio por encima y por debajo de la isoterma indicada en el sistema de control (1000 °C). La Tabla 16 mostró los puntos máximos y mínimos, así como las isotermas promedio y el error respecto a la isoterma de 1000 °C.

8.2.2 Pruebas del sistema de enfriamiento

El enfriamiento fue un decaimiento exponencial debido a la convección forzada que generó el sistema de refrigeración. La caída de temperatura del horno fue desde 1006.25 °C hasta los 280.75 °C en 25 minutos, la tasa de enfriamiento media fue de 29.02 °C/min, ver la Figura 30. Cabe mencionar que el enfriamiento no fue controlado por el sistema de control. Este sistema de enfriamiento es independiente y después de varias pruebas de enfriamiento se determinó que con 25 minutos de enfriamiento y con un flujo constantemente de agua a 3 °C (25 L/min velocidad de la bomba de agua utilizada) se logró reducir la temperatura del horno hasta 280.75 °C, el comportamiento se apreció en la Figura 30. Cabe mencionar que la temperatura del serpentín de cobre antes de iniciar el enfriamiento era de 518 °C.

Tabla 16. Error de control en el proceso isotérmico.

Temperatura de referencia 1000°C			Temperatura de referencia 1000°C		
DATO		Maximos [°C]	DATO		Mínimos [°C]
★	1	1003	★	1	995.75
	2	1004.25		2	995.25
	3	1005		3	995
	4	1005		4	994.75
	5	1005		5	993.75
	6	1005		6	994.25
	7	1005.75		7	994.25
	8	1005		8	995
	9	1005.5		9	992.75
	10	1005.75		10	993.75
	11	1006		11	993.75
	12	1005.5		12	988.25
	13	1004.25		13	995.25
	14	1005.5		14	995
	15	1005.75		15	994
	16	1005.5		16	994.25
	17	1005.75		17	994
	18	1006		18	994
	19	1005.5		19	994.5
	20	1006		20	994.25
	21	1006.25		21	994
	22	1006		22	994.25
	23	1006.25		23	994.25
	24	1006.25		24	994
Promedio [°C]		1005.40625	Promedio [°C]		994.09375
error [%]		0.537717962	error [%]		0.590625

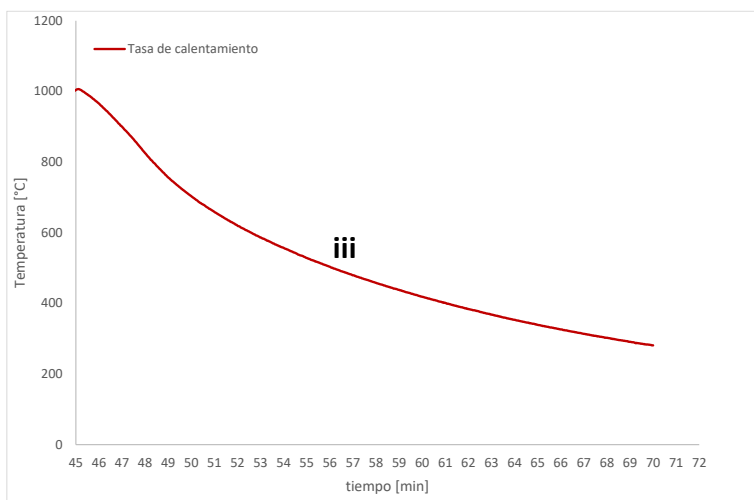


Figura 30. Curva de enfriamiento, fluido refrigerante a 3 °C.

A pesar de que se utilizó agua, como fluido refrigerante, a baja temperatura para enfriar el horno, la temperatura de la resistencia al terminar los 25 minutos de enfriamiento fue de 280.75 °C, ver la Figura 30. El aislamiento que separa el serpentín de cobre con la resistencia no permite que se enfríe el horno totalmente.

Se realizaron otras pruebas para determinar la temperatura correcta del fluido refrigerante y se determinó que usar agua a 10 °C tenía un comportamiento de enfriamiento similar al de 3 °C, Figura 31. Se descartó el uso de agua a temperatura ambiente debido a que tiende a calentarse y no enfría el horno.

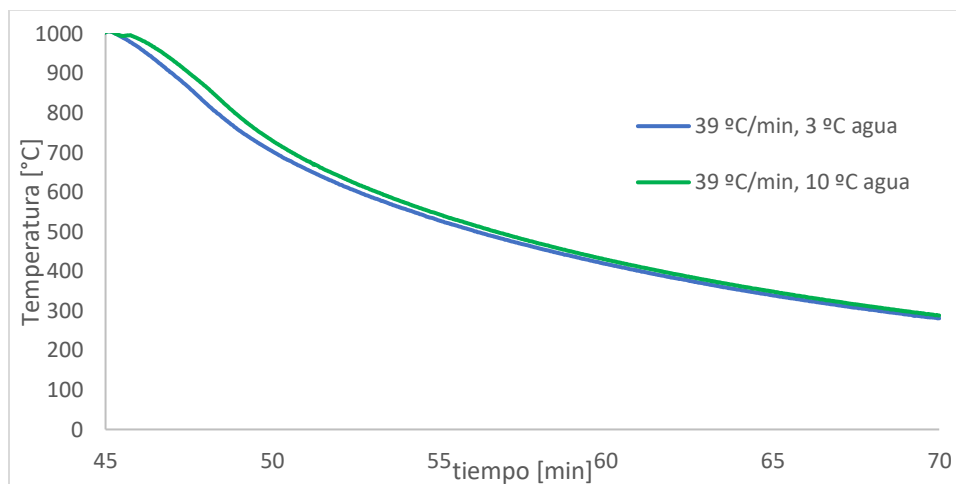


Figura 31. Enfriamiento del horno con fluido refrigerante a 3°C y 10 °C.

8.2.3 Control a diferentes tasas de calentamiento

Con el desempeño que se observó del sistema de control, se procedió a determinar las diferentes tasas de calentamiento requeridas 5 °C/min, 10 °C/min, 20 °C/min, 30 °C/min y 40 °C/min, los datos de cada prueba se reportan en la Tabla 17. Cabe mencionar que se incrementó el tiempo de muestreo de 1 segundo por cada dato a 3 segundos por cada dato debido a la capacidad de memoria del plot de respuesta del sistema de control y la duración de cada experimento.

Tabla 17. Condiciones experimentales y resultados para las tasas de calentamiento.

		$K_p = 0.002018$		$K_f = 0.0000002107$		$K_d = 0.0005$			
		$V = 127$ Volts		$I = 11.3$ A		$P_e = 1.435$ kW			
				5 °C/min	10 °C/min	20 °C/min	30 °C/min	40 °C/min	
t_{muestreo} 3 seg/dato	Calentamiento ($dT/dt > 0$)	T_0 [°C]		39	31.75	27.25	23.25	24.25	
		$T_{f, \text{teórica}}$ [°C]		1000	1000	1000	1000	1000	
		$T_{f, \text{real}}$ [°C]		1000.5	1002.25	1001	1002.75	1004	
		Error respecto a $T_{f, \text{teórica}}$ (%)		0.049	0.22	0.099	0.27	0.39	
		Tasa teórica [°C/min]		5	10	20	30	40	
		Tasa real [°C/min]		5.07	9.87	19.56	29.49	38.24	
		Error respecto a tasa teórica (%)		1.38	1.3	2.2	1.7	4.4	
		$t_{\text{teórico}}$ [min]		192.2	96.825	48.63	32.55	24.39	
		t_{real} [min]		189.35	98.31	49.78	33.21	25.51	
		Error (%)		1.48	0.23	2.31	1.98	4.39	
		Proceso Isotérmico ($dT/dt = 0$)	$t_{\text{propuesto}}$ [min]		20	20	20	20	20
			t_{real} [min]		20	20	20	20	20
	Enfriamiento ($dT/dt < 0$)	resistencia	T_i [°C]	1004.5	1004.25	1006.25	1006.75	1006.75	
			T_f [°C]	219.5	265	276.25	270.5	284	
			Tasa [°C/min]	31.4	29.57	29.2	29.45	28.91	
		Serpentín	T_i [°C]	509	505	514	515	519	
			T_f [°C]	25	23	29	29	32	
		Agua (20 L)	T_i [°C]	7	9	10	10	10	
	T_f [°C]		12	14	16	16	17		

En la Figura 32 se aprecian las tasas de calentamiento obtenidas por cada prueba de la Tabla 17.

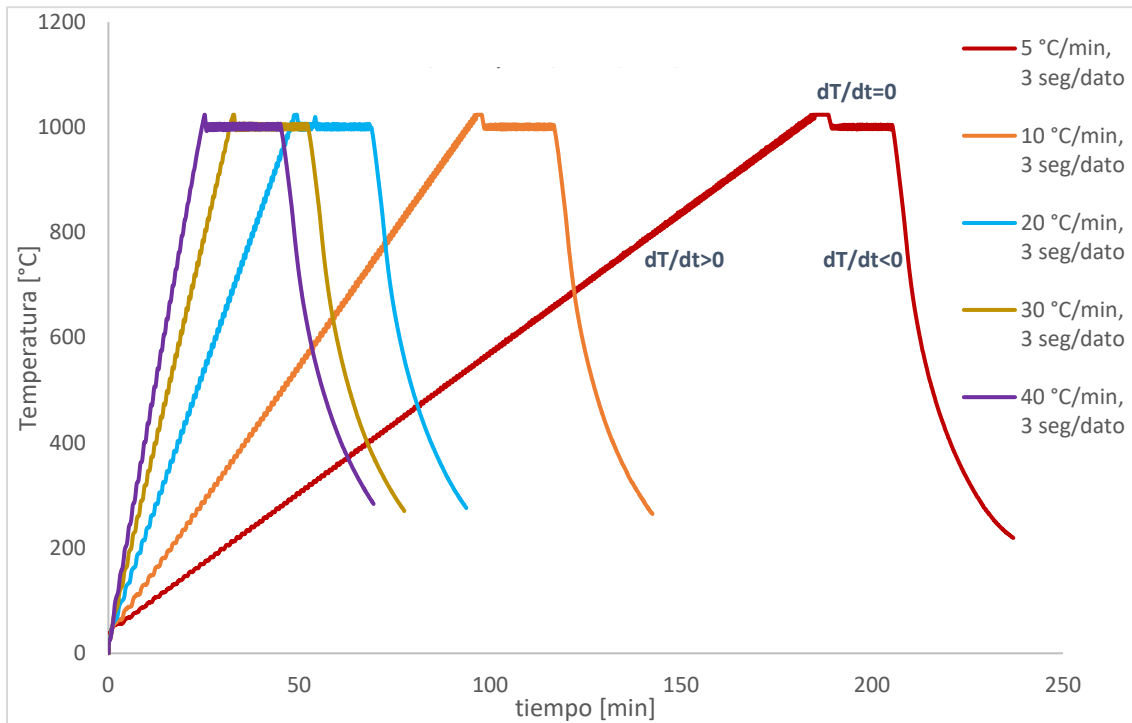


Figura 32. Tasas de calentamiento.

Se observó que todas las curvas poseen un comportamiento tipo sinusoidal, como se apreció en la Figura 32, además, existió un error de borde en todas las curvas debido a la tasa de muestreo de datos. Debido a la lenta adquisición de datos, la inercia térmica generó el error de borde en todas las curvas superando la temperatura objetivo (1000 °C). Se realizó un acercamiento a los primeros 200 °C se apreció con mayor claridad este fenómeno en la Figura 33. Las crestas corresponden al exceso de energía proporcionada por el sistema de control y los valles a las pérdidas térmicas del horno.

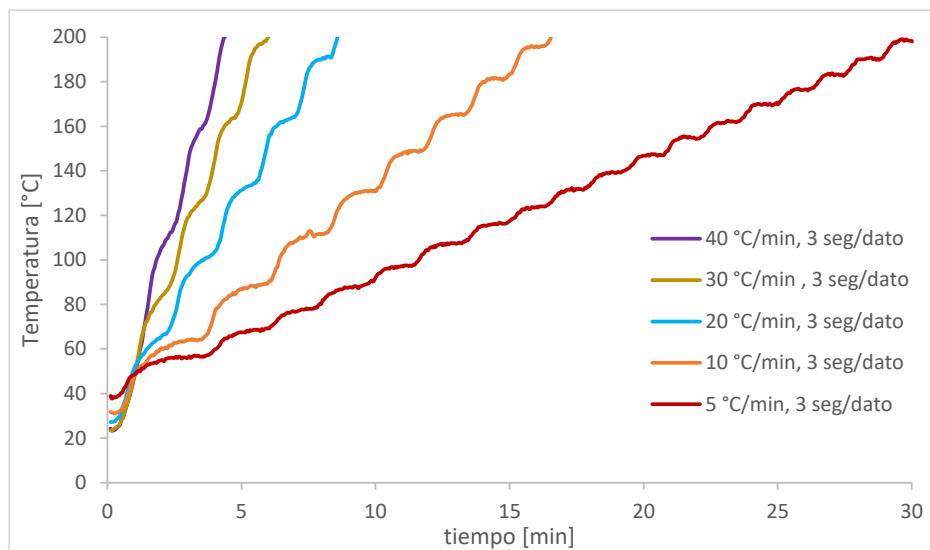


Figura 33. Acercamiento de tasas de calentamiento, $dT/dt > 0 \in [T_0, 200 \text{ °C}]$.

El comportamiento sinusoidal persiste en el todo el calentamiento y con más evidencia en la zona del proceso isotérmico, ver la Figura 34.

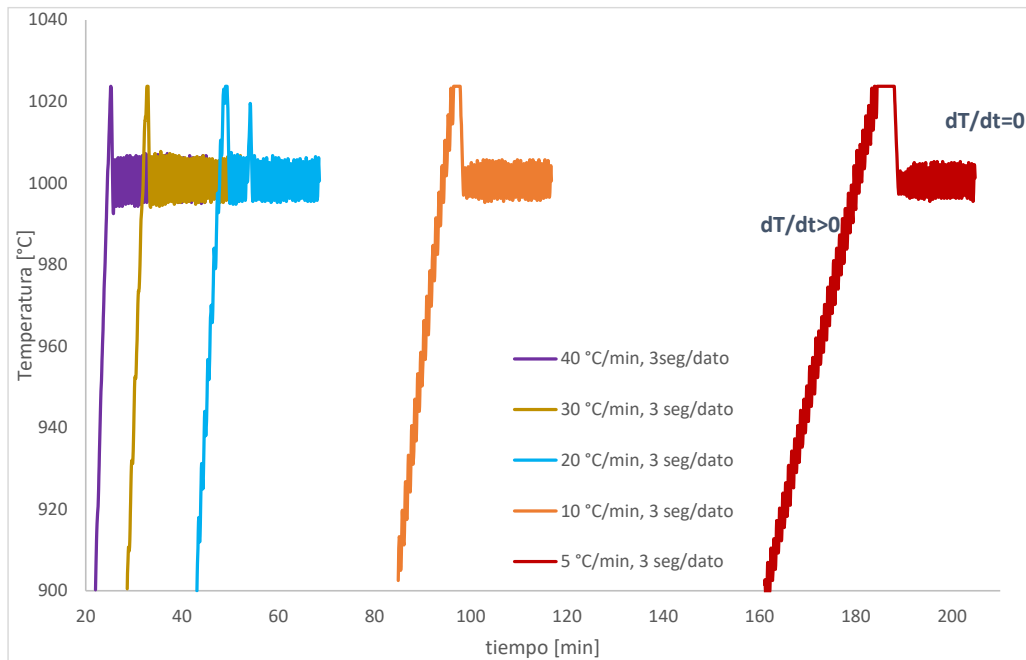


Figura 34. Acercamiento del proceso isotérmico.

Hasta el momento se han mostrado diferentes tasas de calentamiento con adquisición de datos de la información de 1 seg/dato y 3 seg/dato. Por tal motivo, se procedió a comparar la tasa de calentamiento de 40 °C/min a diferentes tiempos de muestreo de información (1 seg/dato y 3 seg/dato), observar la Figura 35.

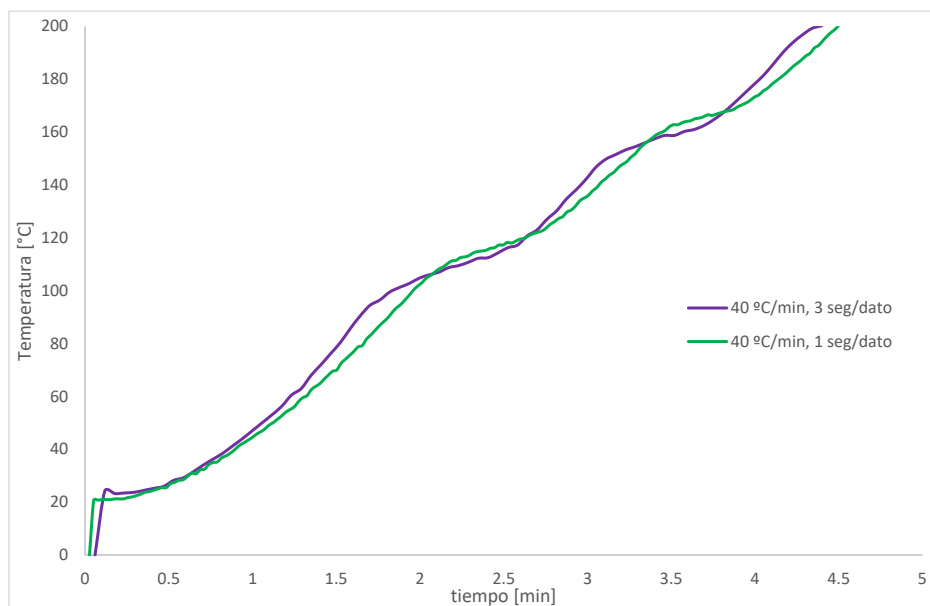


Figura 35. Acercamiento de tasas de calentamiento con diferentes velocidades de muestreo, $dT/dt > 0 \in [T_0, 200 \text{ } ^\circ\text{C}]$.

Al realizar un muestreo de información más rápido por parte del sistema de control el comportamiento sinusoidal disminuye, aunque nunca desaparece, ver la Figura 35.

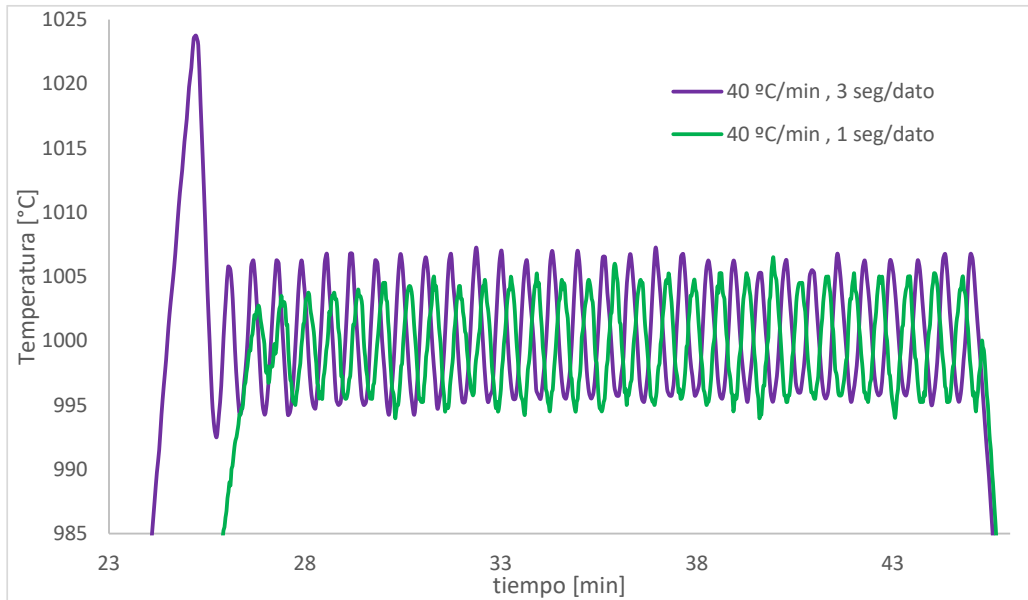


Figura 36. Tasas del proceso isotérmico con diferentes velocidades de muestreo.

El proceso isotérmico mostró menos error respecto a la isotérmica ideal que se planteó al sistema de control (1000 °C), observar la Figura 36.

El sistema de enfriamiento proporcionó agua como fluido refrigerante a 10 °C, la curva de enfriamiento para cada prueba es la misma y no cuenta con comportamiento sinusoidal, revisar la Figura 37.

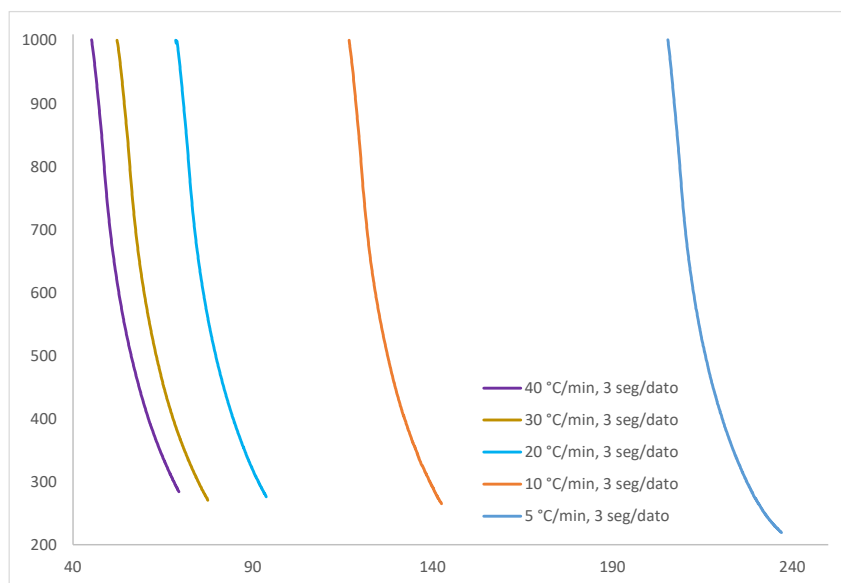


Figura 37. Curvas de enfriamiento para las diferentes tasas de calentamiento, $dT/dt < 0 \in [1006.75 \text{ } ^\circ\text{C}, 200 \text{ } ^\circ\text{C}]$.

8.3 *Análisis preliminar del horno con compuestos químicos.*

En esta sección se muestran los materiales y compuestos químicos a utilizar, el proceso químico y la metodología experimental. Se seleccionó una tasa de calentamiento de 30 °C/min para las pruebas preliminares debido a que se alcanza en poco tiempo la temperatura de 1000 °C, la cantidad de información que se almacena en la memoria del sistema de control fue poca y se prolonga el tiempo de disociación de los compuestos comparado con la velocidad de 40 °C/min. Además, las experiencias se realizaron con una velocidad de muestreo de 3 segundos por cada dato para garantizar que la memoria no se sature con mucha información y así no perder datos relevantes por limitantes de almacenamiento.

8.3.1 Análisis e interpretación de resultados

Experimento A; 1 ciclo

Los resultados del experimento “A” se muestran en la Tabla 18.

Tabla 18. Masa de los compuestos químicos, “experimento A”- 1 ciclo.

Masa \ Compuesto	SrCO ₃		CaCO ₃	
	ideal	Real	ideal	Real
Masa de la muestra antes de disociar [g]	0.3996		0.4808	
Masa de la muestra después de disociar [g]	0.2805	0.3053	0.2707	0.3527
Masa de la muestra después de recombinar [g]	0.3996	0.3969	0.4808	0.4599
Recombinación [%]	100	99.32	100	95.65

En la disociación del SrCO₃ se perdió un 23.59 % de CO₂ respecto del 29.80 % ideal de la masa total. Mientras que para el CaCO₃ se perdió un 26.64 % de su masa total en la primera disociación en forma de CO₂, cuando teóricamente se tuvo que haber disociado el 43.69 % de la masa total del CaCO₃. Además, en la recombinación se aprecia que para un ciclo el SrCO₃ posee mejor reversibilidad que el CaCO₃.

Experimento B: 4 ciclos

En el experimento B, se apreció un comportamiento diferente entre ambos compuestos. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 19.

Tabla 19. Masa de los compuestos químicos, “experimento B” - 4 ciclos.

Masa \ Compuesto	SrCO ₃	CaCO ₃
Masa inicial de la muestra [g]	0.4595	0.4508
Masa final de la muestra [g]	0.3929	0.4044
Recombinación [%]	85.50	89.70

En el experimento “B” el SrCO₃ perdió un 14.50 % de su masa inicial mientras que para el caso del CaCO₃ perdió un 10.30 % de su masa inicial. El comportamiento experimental del reactor en el horno eléctrico se mostró en la Figura 38.

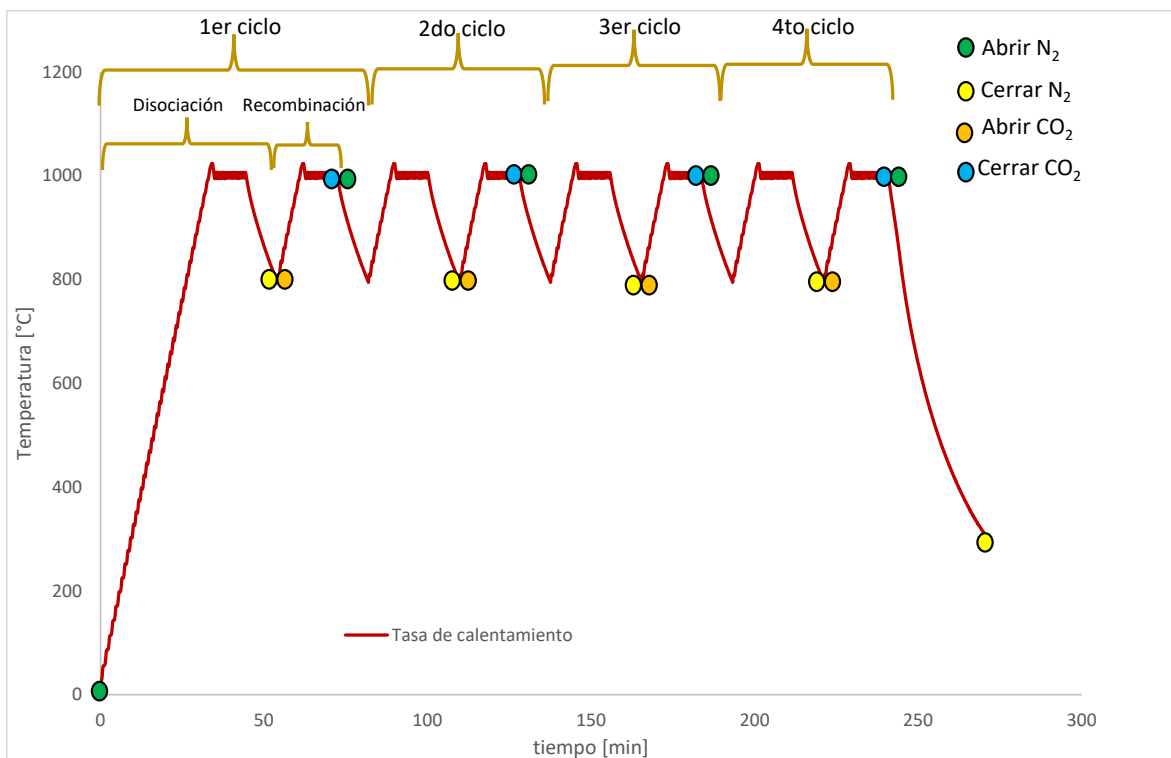


Figura 38. Comportamiento térmico del horno para el experimento B.

Experimento C: 4 ciclos

Los resultados obtenidos para el experimento “C” se mostraron en la Tabla 20, a pesar de la variación en la metodología para los experimentos “B” Y “C”, se observó un comportamiento similar entre ambos experimentos.

Tabla 20. Masa de los compuestos químicos, “experimento C” - 4 ciclos completos.

Masa	Compuesto	SrCO ₃	CaCO ₃
Masa inicial de la muestra [g]		0.4712	0.4692
Masa final de la muestra [g]		0.3843	0.4334
Recombinación [%]		81.55	92.36

En este experimento el SrCO₃ perdió un 18.45 % de su masa inicial mientras que para el CaCO₃ perdió un 7.64 %. El comportamiento térmico del horno eléctrico se mostró en la Figura 39.

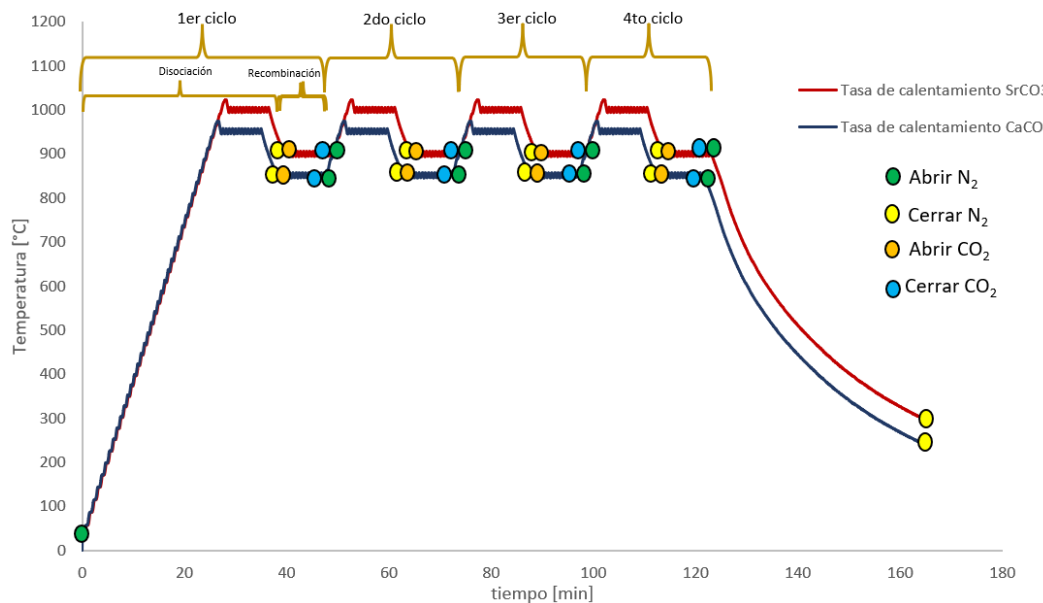


Figura 39. Comportamiento térmico del horno para el experimento C.

9. Conclusiones

- Se logró construir un horno eléctrico tubular cilíndrico vertical a partir de una resistencia eléctrica de 2,000 Watts que simula la concentración solar. El horno operó de acuerdo con las especificaciones establecidas, con tasas de calentamiento controladas; 5 °C/min, 10 °C/min, 20 °C/min, 30 °C/min y 40 °C/min, su capacidad de operación fue continua.
- Se diseñó e implementó un sistema de control de temperatura del horno, capaz de realizar tasas de calentamiento controladas. El control PID y el programa desarrollado tiene buena respuesta y aunque presentó un comportamiento sinusoidal y error de borde, la variación fue pequeña. El sistema de control diseñado cumplió con las expectativas especificadas en el resumen del trabajo de investigación, por lo que los objetivos fueron alcanzados.
- Las pruebas experimentales realizadas con la finalidad de validar el horno eléctrico fueron exitosas y se demostró la viabilidad de la construcción de este tipo de hornos con su sistema de control, basado en la plataforma de Arduino, para la operación de reactores tubulares para reacciones sólido – gas y gas -gas.

10. Trabajo a futuro.

- El tubo de acero inoxidable ANSI 304 comenzó a degradarse a 1000 °C, su proceso de oxidación se aceleró y desprendió contaminación a la muestra química. Se propone usar un tubo de tungsteno con cubierta de carburo de silicio.
- El sistema de control estaba limitado por el sistema de suministro eléctrico controlado ADC MAX6675, el horno puede alcanzar temperaturas de hasta 1,200 °C, pero el ADC MAX6675 no muestrea temperaturas mayores a 1023.75 °C. Se recomienda adquirir un convertidor de datos analógicos a digitales con un rango de operación mayor a 1500 °C.
- El sistema de control carece de sensores de adquisición de información química. De manera independiente. El horno tenía un sensor de CO₂ ambiental pero su respuesta era lenta y tardaba demasiado en estabilizarse, por tal motivo, se descartó su aportación. Se sugiere intentar con sensores profesionales capaces de interactuar con Arduino.
- El sistema de refrigeración no estaba controlado por el sistema de control, se propone desarrollar un sistema capaz de interactuar con Arduino y proporcionar diferentes tasas de enfriamiento.

11. Referencias

- Alambre de calentamiento por resistencia y alambre de resistencia*. (2024). [Ficha técnica de artículos comerciales]. <https://www.kanthal.com/es-es/productos/datasheets/fichas-t%C3%A9cnicas-de-materiales/hilo/alambre-de-calentamiento-por-resistencia-y-alambre-de-resistencia/kanthal-d/>
- Alonso, E., Pérez-Rábago, C., Licurgo, J., Fuentealba, E., & Estrada, C. A. (2015). First experimental studies of solar redox reactions of copper oxides for thermochemical energy storage. *Solar Energy*, *115*, 297-305. <https://doi.org/10.1016/j.solener.2015.03.005>
- Anastasakis, K., Biller, P., Madsen, R., Glasius, M., & Johannsen, I. (2018). Continuous Hydrothermal Liquefaction of Biomass in a Novel Pilot Plant with Heat Recovery and Hydraulic Oscillation. *Energies*, *11*(10), 2695. <https://doi.org/10.3390/en11102695>
- André, L., Abanades, S., & Flamant, G. (2016). Screening of thermochemical systems based on solid-gas reversible reactions for high temperature solar thermal energy storage. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, *64*, 703-715. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2016.06.043>
- Ascanio, I. M., & Ariza Quiñonez, S. A. (2018). Diseño de sistema de control automatizado para horno de tratamientos térmicos de Aceros Cúcuta–Colombia. *Aibi revista de investigación, administración e ingeniería*, 28-34. <https://doi.org/10.15649/2346030X.482>
- Bagherisereshki, E., Tran, J., Lei, F., & AuYeung, N. (2018). Investigation into SrO/SrCO₃ for high temperature thermochemical energy storage. *Solar Energy*, *160*, 85-93. <https://doi.org/10.1016/j.solener.2017.11.073>
- Bermeo Varon, L. A., Alvarez, J. G., & Mantilla Arenas, W. (2021). Comparación del desempeño de un controlador PID sobre el proceso de nivel usando un controlador lógico programable y un sistema embebido. *Ingeniare. Revista Chilena de Ingeniería*, *29*(4), 622-632. <https://doi.org/10.4067/S0718-33052021000400622>
- Block, T., Knoblauch, N., & Schmücker, M. (2014). The cobalt-oxide/iron-oxide binary system for use as high temperature thermochemical energy storage material. *Thermochimica Acta*, *577*, 25-32. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2013.11.025>
- Bolívar Caballero, J. J., Zaini, I. N., & Yang, W. (2022). Reforming processes for syngas production: A mini-review on the current status, challenges, and prospects for biomass conversion to fuels. *Applications in Energy and Combustion Science*, *10*, 100064. <https://doi.org/10.1016/j.jaecs.2022.100064>
- Broncesval Central*. (2023). <https://www.broncesval.com/laton/l1-barra-cuzn39pb3/>
- Çengel, Y. A., & Ghajar, A. J. (2011). *Transferencia de calor y masa: Fundamentos y aplicaciones* (4a ed). McGraw-Hill.
- Chen, X., Jin, X., Zhang, Z., Song, D., Ling, X., Wang, Y., & Zhu, L. (2022). Experimental investigation of CaCO₃/CaO in a spiral coil reactor for thermochemical energy storage. *Chemical Engineering Journal*, *428*, 131971. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.131971>

- Du, Z., Liu, J., Liu, F., & Pan, F. (2022). Relationship of particle size, reaction and sticking behavior of iron ore fines toward efficient fluidized bed reduction. *Chemical Engineering Journal*, 447, 137588. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2022.137588>
- Fernández-Saavedra, R., Gómez-Mancebo, M. B., Caravaca, C., Sánchez, M., Quejido, A. J., & Vidal, A. (2014). Hydrogen production by two-step thermochemical cycles based on commercial nickel ferrite: Kinetic and structural study. *International Journal of Hydrogen Energy*, 39(13), 6819-6826. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2014.02.076>
- Frazzica, A., & Cabeza, L. F. (Eds.). (2019). *Recent Advancements in Materials and Systems for Thermal Energy Storage: An Introduction to Experimental Characterization Methods*. Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-96640-3>
- Funk, J. E., & Reinstrom, R. M. (1966). Energy Requirements in Production of Hydrogen from Water. *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development*, 5(3), 336-342. <https://doi.org/10.1021/i260019a025>
- Graphit e store México. (2023). <https://graphitestore.mx/placas-alumina-varillas-tubos-AD001054>
- Guzmán L.A., L. A. (En proceso). *Sistemas de control para procesos de tecnologías solares*. [Tesis]. Universidad Autónoma Metropolitana.
- Jazrawi, C., Biller, P., Ross, A. B., Montoya, A., Maschmeyer, T., & Haynes, B. S. (2013). Pilot plant testing of continuous hydrothermal liquefaction of microalgae. *Algal Research*, 2(3), 268-277. <https://doi.org/10.1016/j.algal.2013.04.006>
- Kang, Q., Dewil, R., Degrève, J., Baeyens, J., & Zhang, H. (2018). Energy analysis of a particle suspension solar combined cycle power plant. *Energy Conversion and Management*, 163, 292-303. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2018.02.067>
- Karagiannakis, G., Pagkoura, C., Zygogianni, A., Lorentzou, S., & Konstandopoulos, A. G. (2014). Monolithic Ceramic Redox Materials for Thermochemical Heat Storage Applications in CSP Plants. *Energy Procedia*, 49, 820-829. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2014.03.089>
- Kim, Y. T., Lee, J.-J., & Lee, J. (2023). Electricity-driven reactors that promote thermochemical catalytic reactions via joule and induction heating. *Chemical Engineering Journal*, 470, 144333. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2023.144333>
- Kodama, T., Kondoh, Y., Yamamoto, R., Andou, H., & Satou, N. (2005). Thermochemical hydrogen production by a redox system of ZrO₂-supported Co(II)-ferrite. *Solar Energy*, 78(5), 623-631. <https://doi.org/10.1016/j.solener.2004.04.008>
- Letcher, T. M. (Ed.). (2016). *Storing energy: With special reference to renewable energy sources*. Elsevier.
- Li, X., Jin, J., Yang, D., Xu, N., Wang, Y., & Mi, X. (2019). *Comparison of tower and trough solar thermal power plant efficiencies in different regions of China based on SAM simulation*. 030033. <https://doi.org/10.1063/1.5117545>
- Marie, L. F., Landini, S., Bae, D., Francia, V., & O'Donovan, T. S. (2022a). Advances in thermochemical energy storage and fluidised beds for domestic heat. *Journal of Energy Storage*, 53, 105242. <https://doi.org/10.1016/j.est.2022.105242>

- Marie, L. F., Landini, S., Bae, D., Francia, V., & O'Donovan, T. S. (2022b). Advances in thermochemical energy storage and fluidised beds for domestic heat. *Journal of Energy Storage*, 53, 105242. <https://doi.org/10.1016/j.est.2022.105242>
- NASA, & GISS. (2022). National Aeronautics and Space Administration. *GLOBAL LAND-OCEAN TEMPERATURE INDEX*. <https://climate.nasa.gov/>
- Palacios, A., Barreneche, C., Navarro, M. E., & Ding, Y. (2020). Thermal energy storage technologies for concentrated solar power – A review from a materials perspective. *Renewable Energy*, 156, 1244-1265. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.10.127>
- Pardo, P., Deydier, A., Anxionnaz-Minvielle, Z., Rougé, S., Cabassud, M., & Cognet, P. (2014). A review on high temperature thermochemical heat energy storage. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 32, 591-610. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.12.014>
- Rodríguez-Rodríguez, M., Benavente, J., Alcalá, F. J., & Paracuellos, M. (2011). Long-term water monitoring in two Mediterranean lagoons as an indicator of land-use changes and intense precipitation events (Adra, Southeastern Spain). *Estuarine, Coastal and Shelf Science*, 91(3), 400-410. <https://doi.org/10.1016/j.ecss.2010.11.003>
- Romero, M., & Steinfeld, A. (2012). Concentrating solar thermal power and thermochemical fuels. *Energy & Environmental Science*, 5(11), 9234. <https://doi.org/10.1039/c2ee21275g>
- Salgado-Pizarro, R., Calderón, A., Svobodova-Sedlackova, A., Fernández, A. I., & Barreneche, C. (2022). The relevance of thermochemical energy storage in the last two decades: The analysis of research evolution. *Journal of Energy Storage*, 51, 104377. <https://doi.org/10.1016/j.est.2022.104377>
- Shajan, M. M., Mohanad, A., & Reyadh, H. (2023). *Estudio comparativo de tipos de Arduino y Raspberry Pi con lenguajes de programación*. <https://doi.org/10.37899/journalmultiapp.v3i5.740>
- sKeptical Science. (2023). Various measurements of global temperature [Science]. *sKeptical Science*. <https://skepticalscience.com/graphics.php?g=7>
- Tei Ingeniería, especificaciones técnicas termopar tipo K*. (2023). <http://teii.com.mx/Cable-termopar-K.pdf>
- Tubería Sanitaria de Acero Inoxidable, Sus Válvulas y Conexiones*. (2023). https://tuberiasanitaria.com/?gad_source=1&gad_campaignid=1776526951&gbraid=0AAAAADMXnB-hWk5-aepoeRdmjIFiOMtUN&gclid=Cj0KCOjwwZDFBhCpARIsAB95qO3IF50AIksy0cutRTf_UmHJXMMwfpKJq0L17afJ7eu_YgTd0F-_8OoaApZJELw_wcB
- Vásquez Sanjuan, J. J., & Santiago Espinosa, F. (2017). *Diseño e Implementación de un Sistema de Control de Temperatura mediante Instrumentación Virtual*. <https://www.researchgate.net/publication/313664268>
- Wang, K., Yan, T., Li, R. K., & Pan, W. G. (2022). A review for Ca(OH)₂/CaO thermochemical energy storage systems. *Journal of Energy Storage*, 50, 104612. <https://doi.org/10.1016/j.est.2022.104612>
- Wismann, S. T., Engbæk, J. S., Vendelbo, S. B., Eriksen, W. L., Frandsen, C., Mortensen, P. M., & Chorkendorff, I. (2021). Electrified methane reforming: Elucidating transient

- phenomena. *Chemical Engineering Journal*, 425, 131509. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.131509>
- Wong, B. (2011). *Thermochemical heat storage for concentrated solar power*. <http://dx.doi.org/10.1016/j.solener.2015.03.005>
- Wong, B., Brown, L., Schaube, B., Tamme, R., & Sattler, C. (2010). *Oxide based thermochemical heat storage*. <http://dx.doi.org/10.1016/j.solener.2015.03.005>
- Wu, S., Zhou, C., Doroodchi, E., Nellore, R., & Moghtaderi, B. (2018). A review on high-temperature thermochemical energy storage based on metal oxides redox cycle. *Energy Conversion and Management*, 168, 421-453. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2018.05.017>
- Yan, Y., Wang, K., Clough, P. T., & Anthony, E. J. (2020). Developments in calcium/chemical looping and metal oxide redox cycles for high-temperature thermochemical energy storage: A review. *Fuel Processing Technology*, 199, 106280. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2019.106280>
- Yan, Z., Wang, Z., Liu, H., Tu, Y., Yang, W., Zeng, H., & Qiu, J. (2015). Decomposition and solid reactions of calcium sulfate doped with SiO₂, Fe₂O₃ and Al₂O₃. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 113, 491-498. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2015.03.019>
- Zhao, M., Shi, J., Zhong, X., Tian, S., Blamey, J., Jiang, J., & Fennell, P. S. (2014). A novel calcium looping absorbent incorporated with polymorphic spacers for hydrogen production and CO₂ capture. *Energy Environ. Sci.*, 7(10), 3291-3295. <https://doi.org/10.1039/C4EE01281J>
- Zhu, X., Zhang, Q., Wang, Y., & Wei, F. (2016). Review on the nanoparticle fluidization science and technology. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 24(1), 9-22. <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2015.06.005>

Apéndice 1

Diseño de cabezales y fichas técnicas

A continuación, se muestra el material elaborado para realizar la parte experimental. Este material se realizó mediante la ayuda del software llamado Autodesk Inventor y es de uso común para desarrollar piezas mecánicas, así como, ensambles y simulaciones.

El enlace para descargar el Software se pone a la disposición en la siguiente página: <https://www.autodesk.com/education/edusoftware/overview?sorting=featured&filters=individual>

Las piezas diseñadas se dividen en tres secciones;

- *Tubo de alúmina*
- *Cabezales para tubo de alúmina*
- *Ensamble de Tubo de alúmina con cabezales para tubo de alúmina*

- *Tubo de acero*
- *Cabezales para tubo de acero*
- *Ensamble de Tubo de acero con cabezales para tubo de alúmina*

- *Ensamble del sistema total*

1. Tubo de alúmina

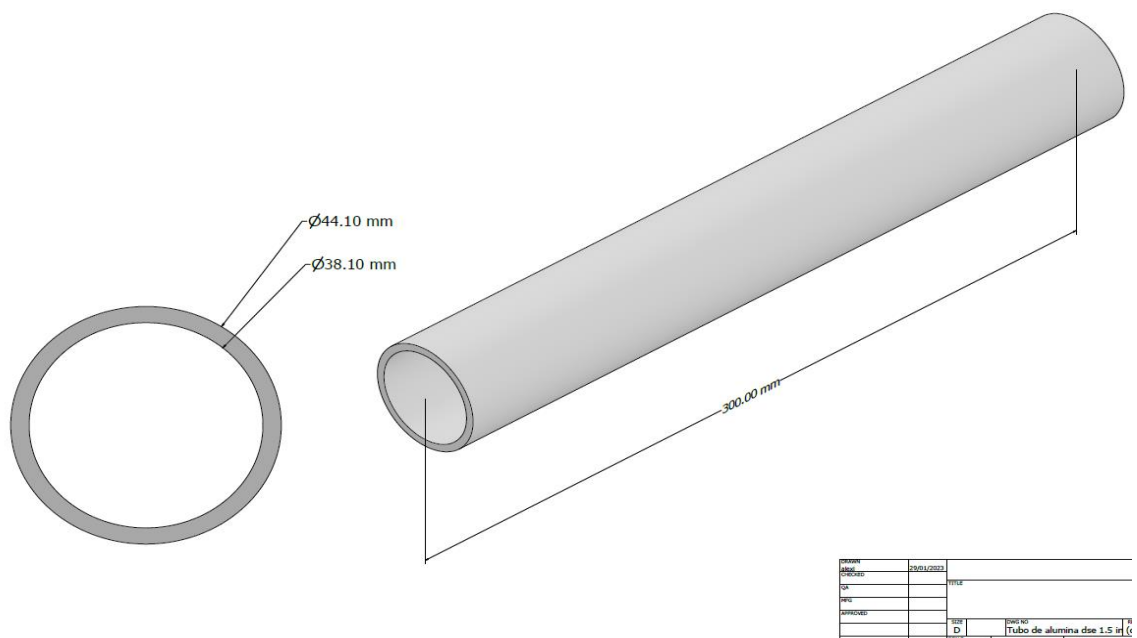


Figura 40. Simulación de tubo de alúmina.

2. Cabezales para tubo de alumina

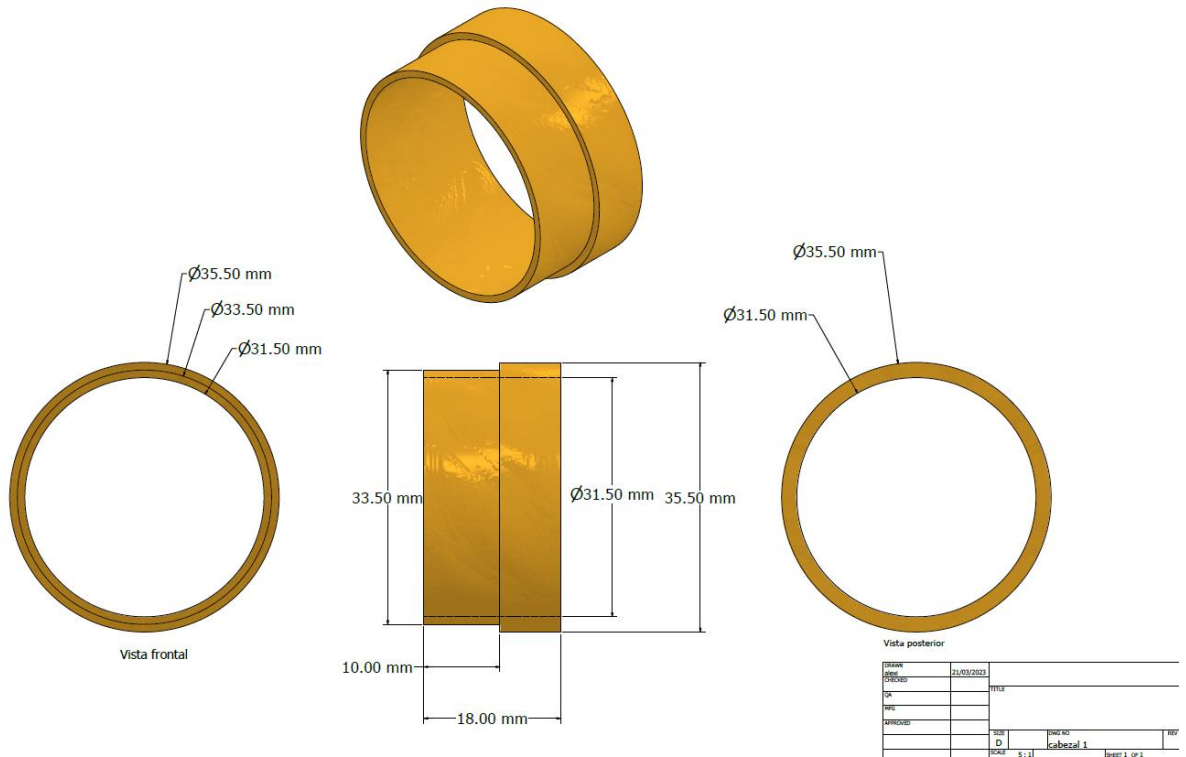


Figura 41. Pieza A1 de Latón para tubo de alumina.

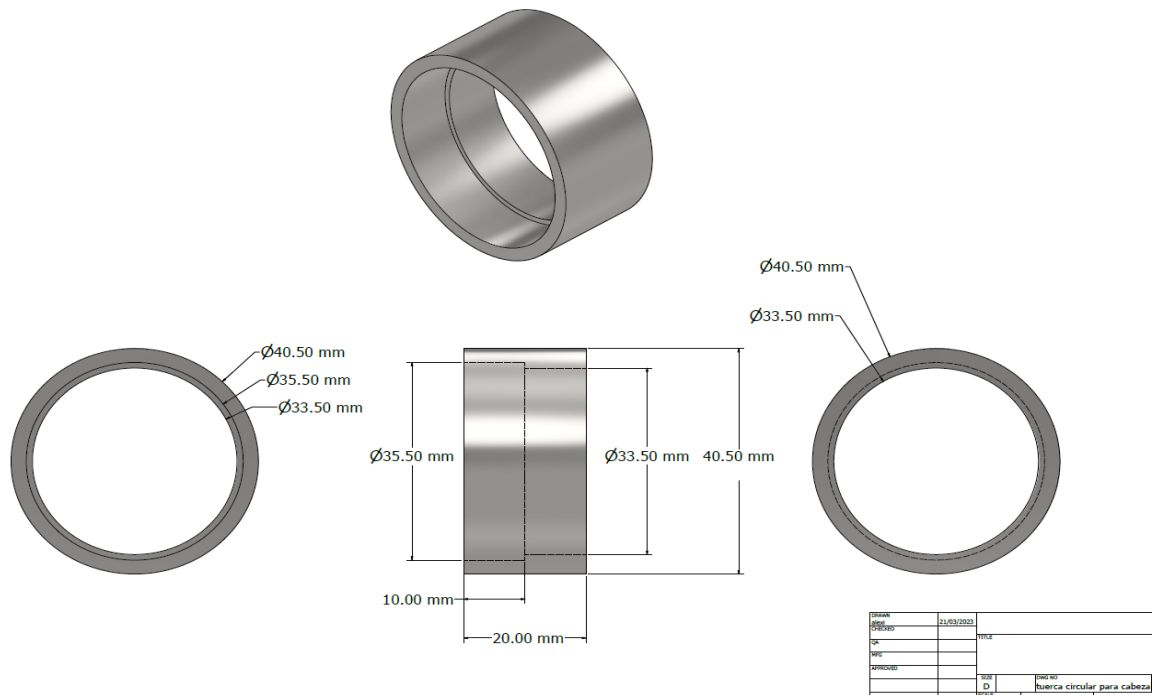


Figura 42. Pieza "B1" de acero que ensambla con pieza "A1".

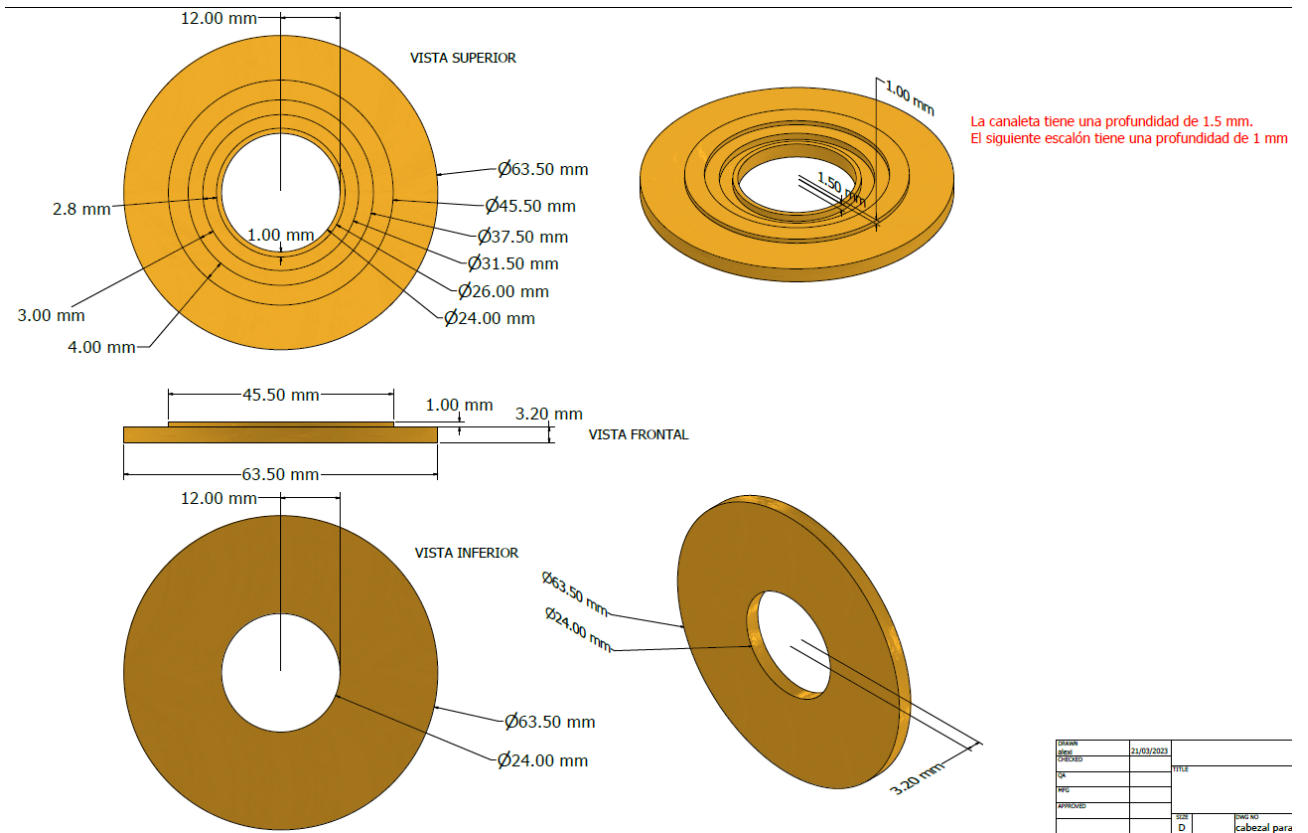


Figura 43. Pieza "C1" de latón que ensambla con tubo de alúmina.

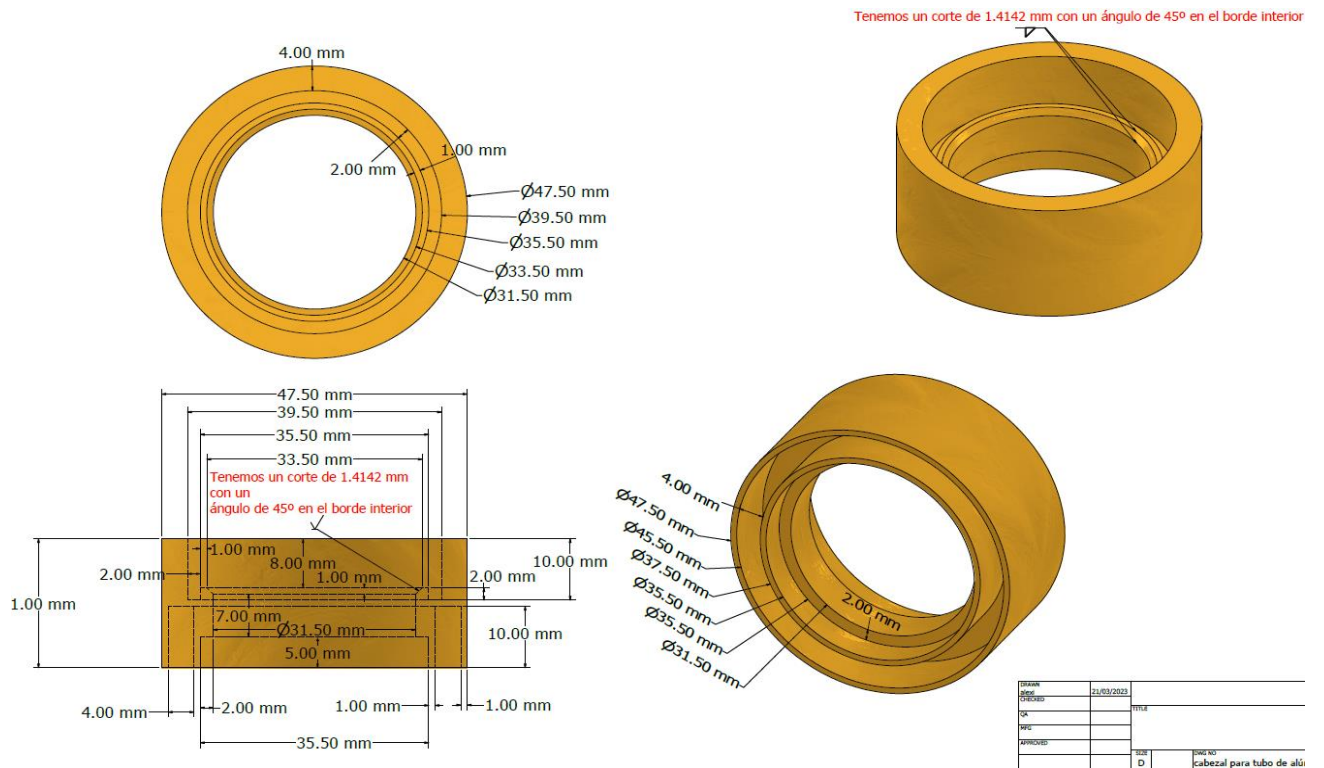


Figura 44. Pieza "D1" que ensambla con la pieza "C1".

3. Ensamble de Tubo de alúmina con cabezales para tubo de alúmina

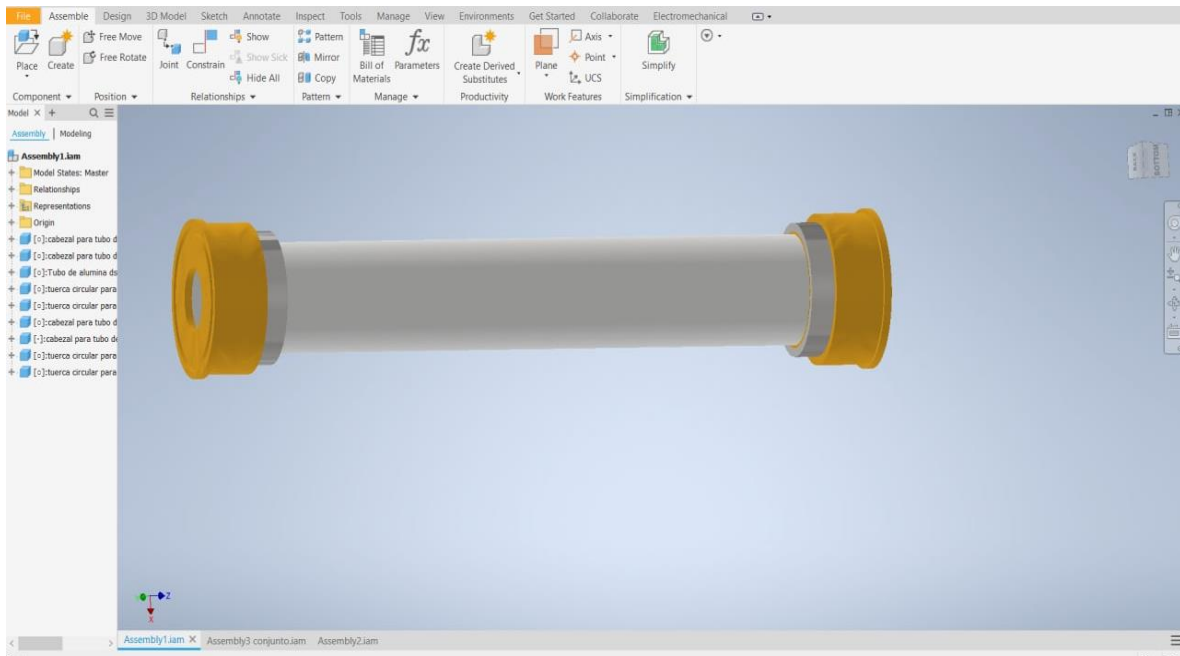


Figura 45. Ensamble de los cabezales con el tubo de alúmina.

4. Tubo de acero

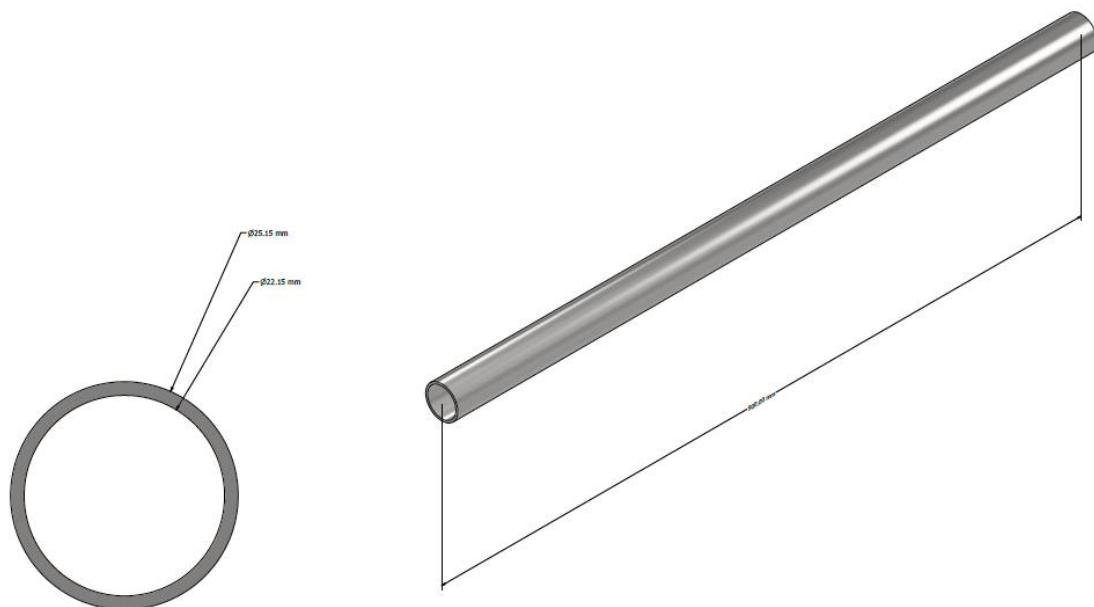


Figura 46. Simulación de tubo de acero.

5. Cabezales para tubo de acero

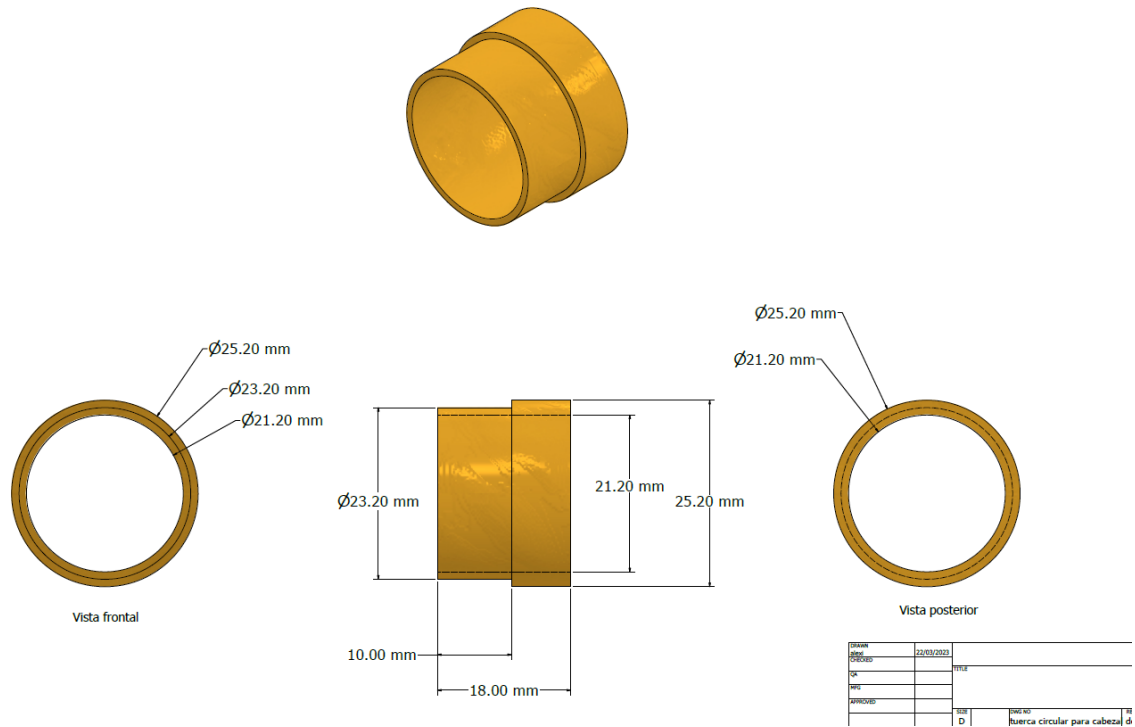


Figura 47. Pieza "A2" de Latón para tubo de acero.

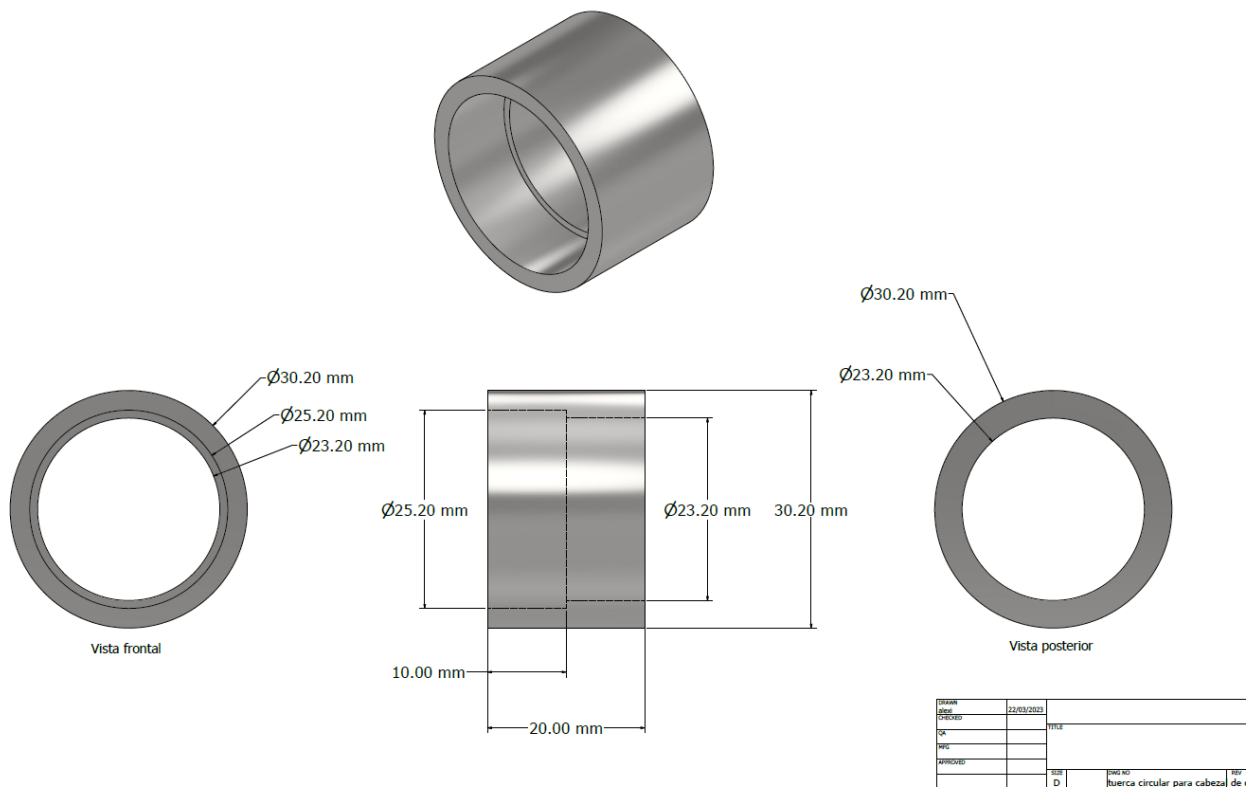


Figura 48. Pieza "B2" de acero que ensambla con pieza "A2".

6. Ensamble de Tubo de acero con cabezales para tubo de acero

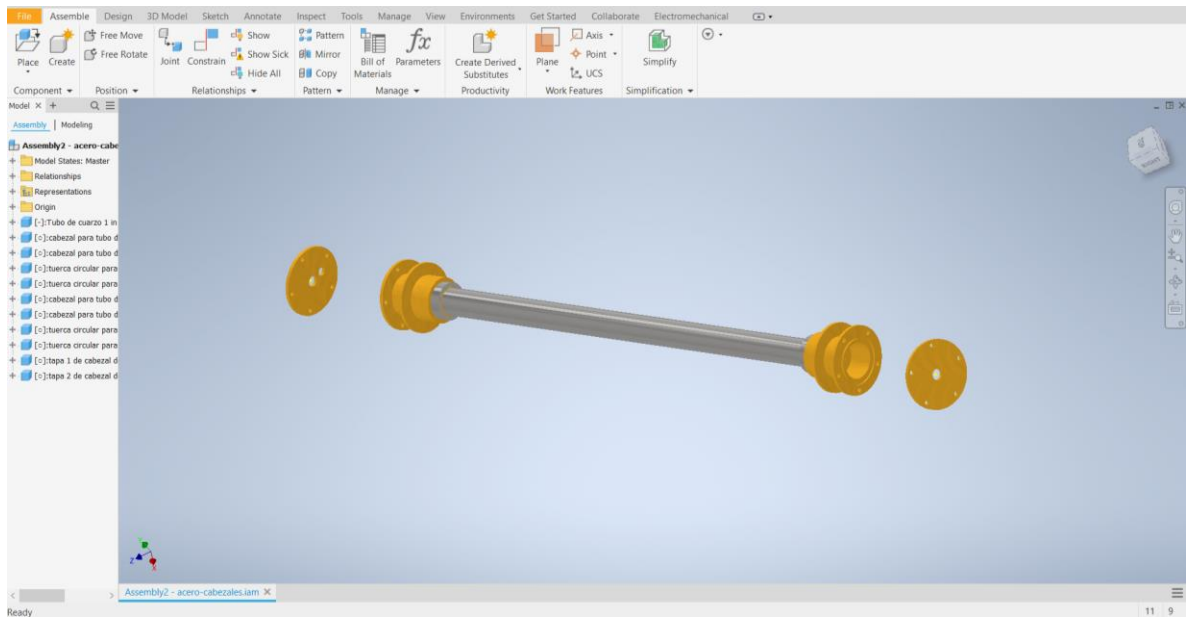


Figura 53. Ensamble de los cabezales con el tubo de acero.

7. Ensamble del sistema total

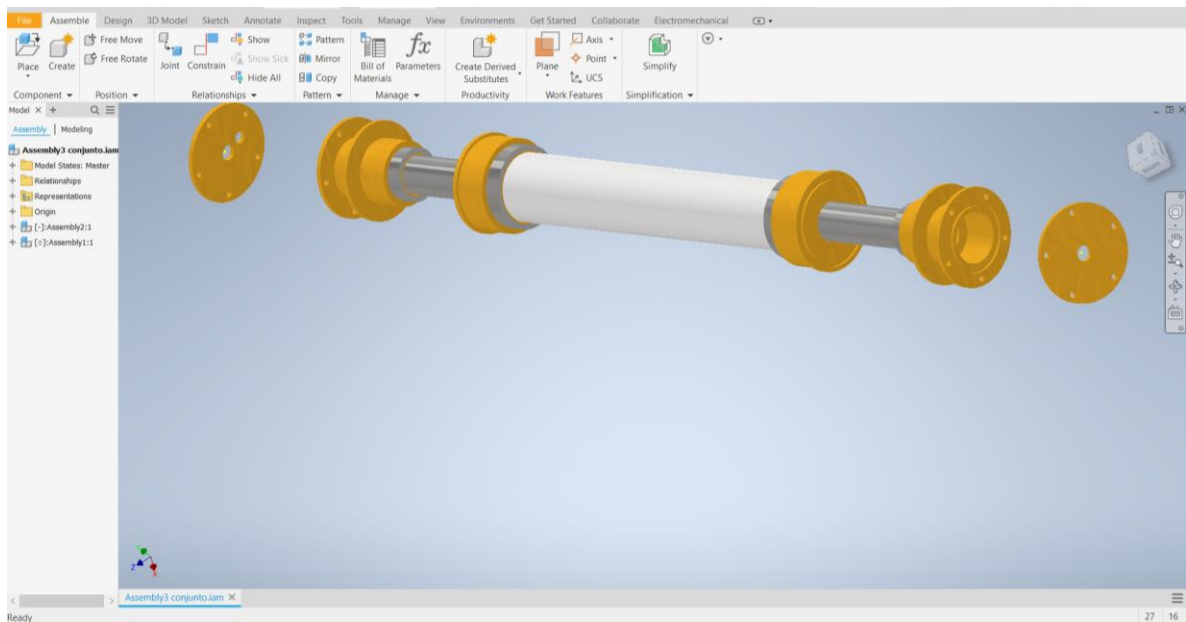


Figura 54. Ensamblé total de los cabezales con el tubo de alúmina y el tubo de acero.

8. Explosionado de ensamble para formar un cabezal

A continuación, podemos observar el orden en el que se ensambla cada pieza respecto al tubo en la Figura 55.

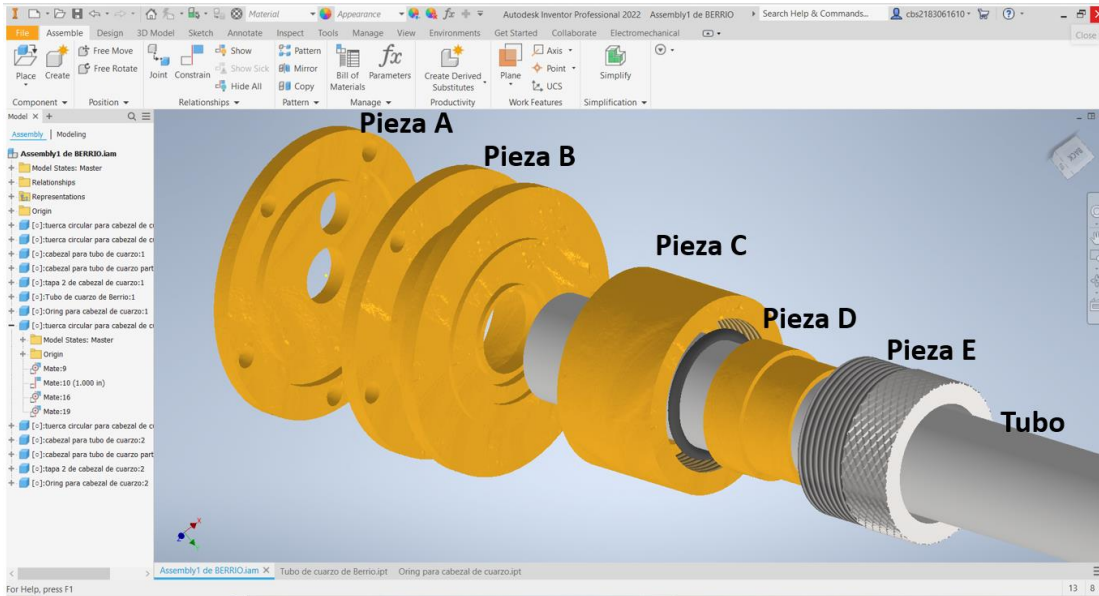


Figura 55. Piezas sin ensamblar en el tubo.

El tubo topa con la pieza B y se inserta en esa pequeña canaleta señalada en la Figura 56.

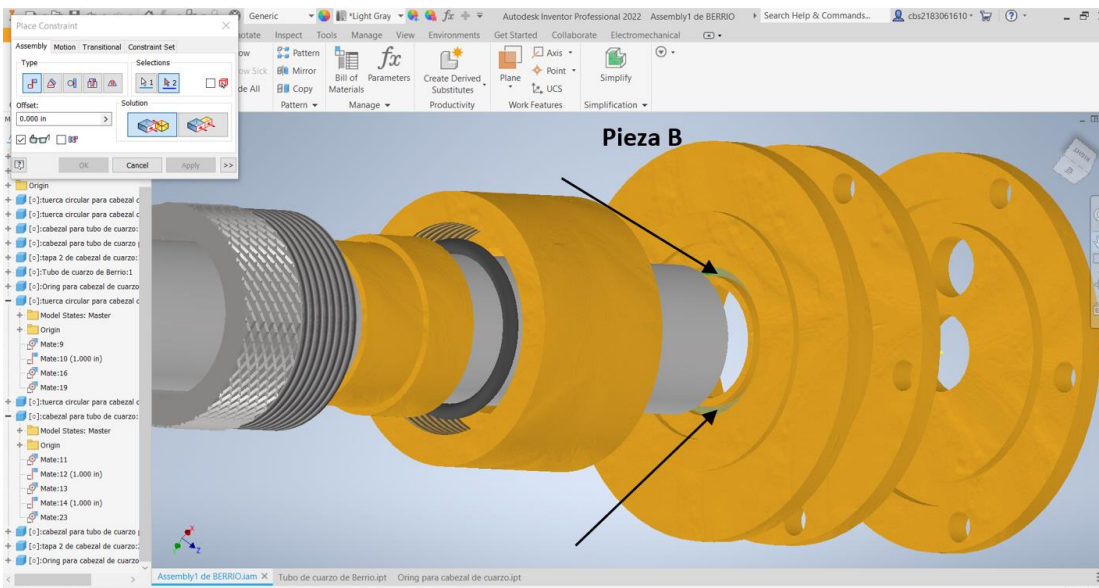


Figura 56. Pre-ensamble del tubo con la pieza B.

El ensamble del tubo con la pieza B quedaría de la siguiente manera, Figura 57.

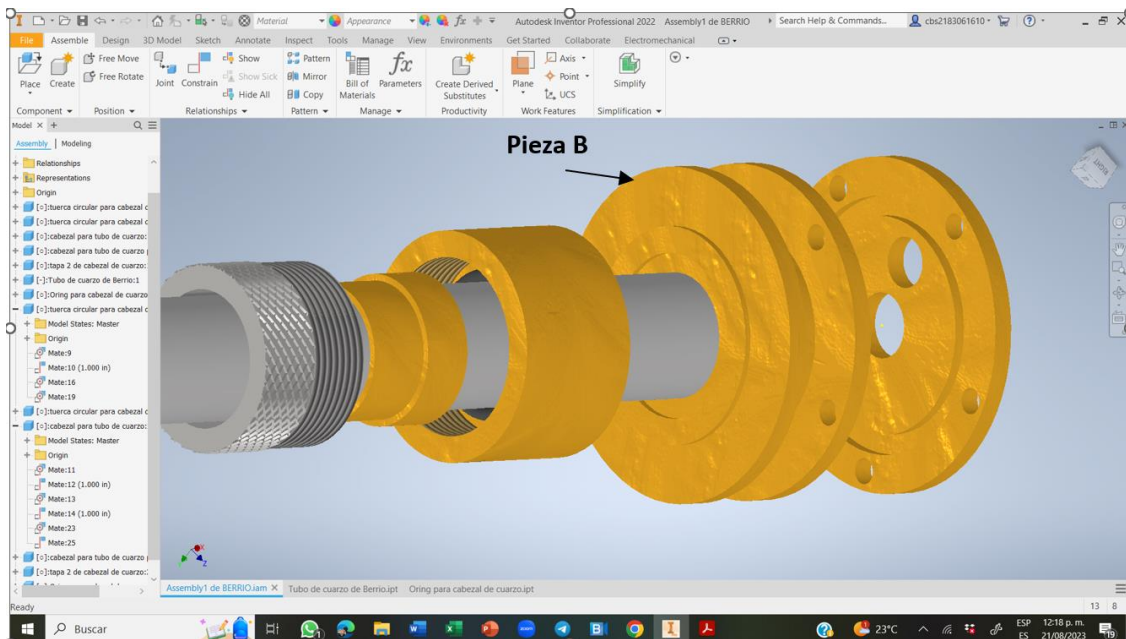


Figura 57. Ensamble del tubo con la pieza B.

Posteriormente, se realiza el ensamble de la pieza B con la pieza C en la Figura 58.

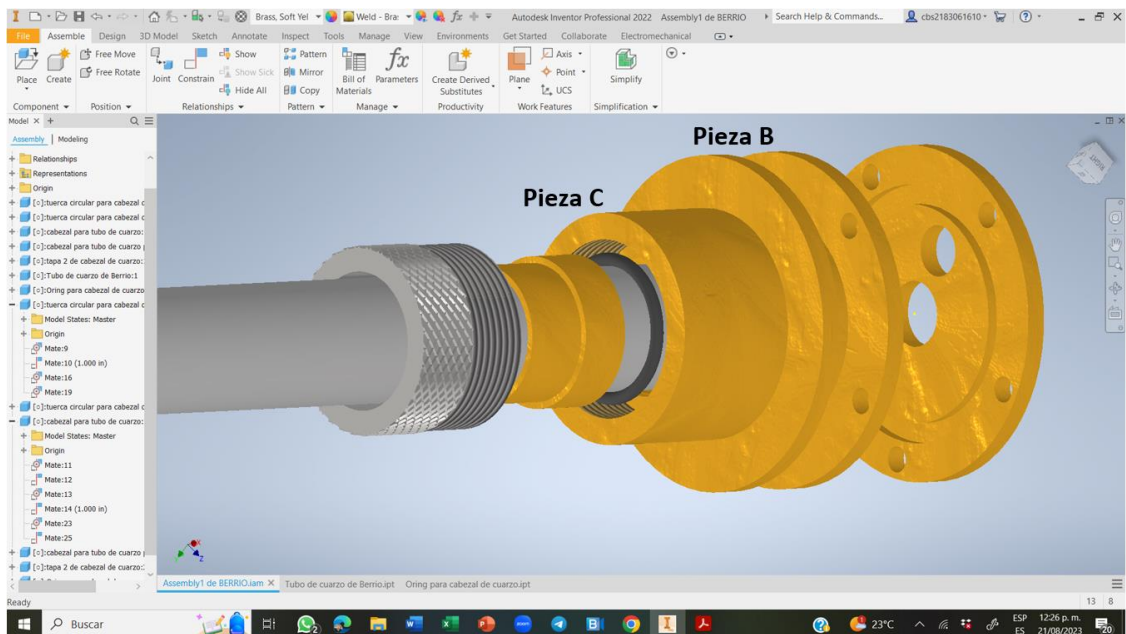


Figura 58. Ensamble de la pieza C con la pieza B.

Sucesivamente se ensamblan las piezas D y E como se muestra en la Figura 59.

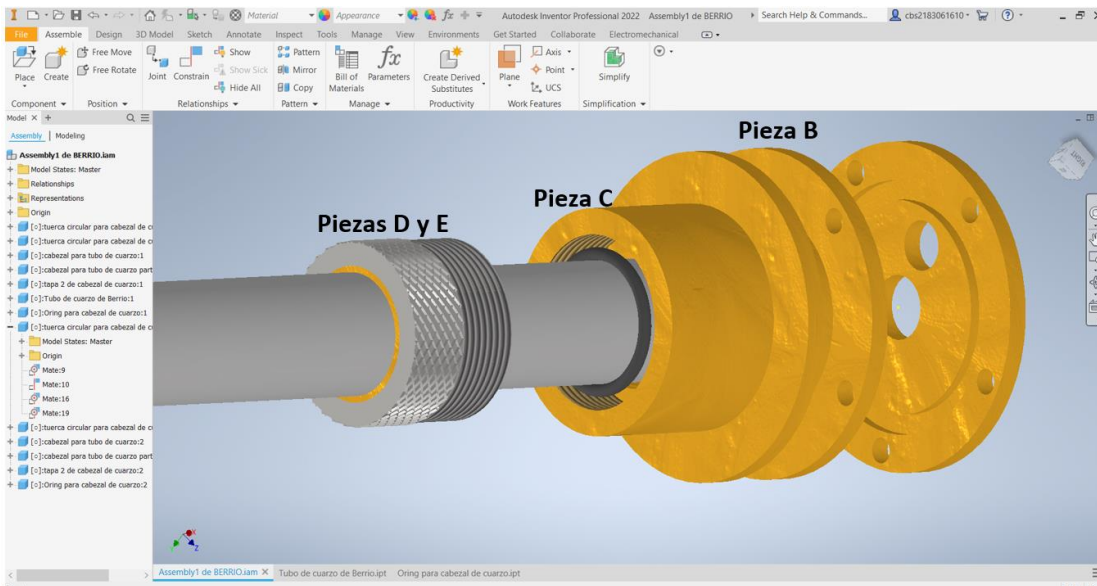


Figura 59. Ensamble de la pieza D con la pieza E.

Continuamos con el ensamble de la pieza C con el ensamble previamente realizado de las piezas D y E, Figura 60.

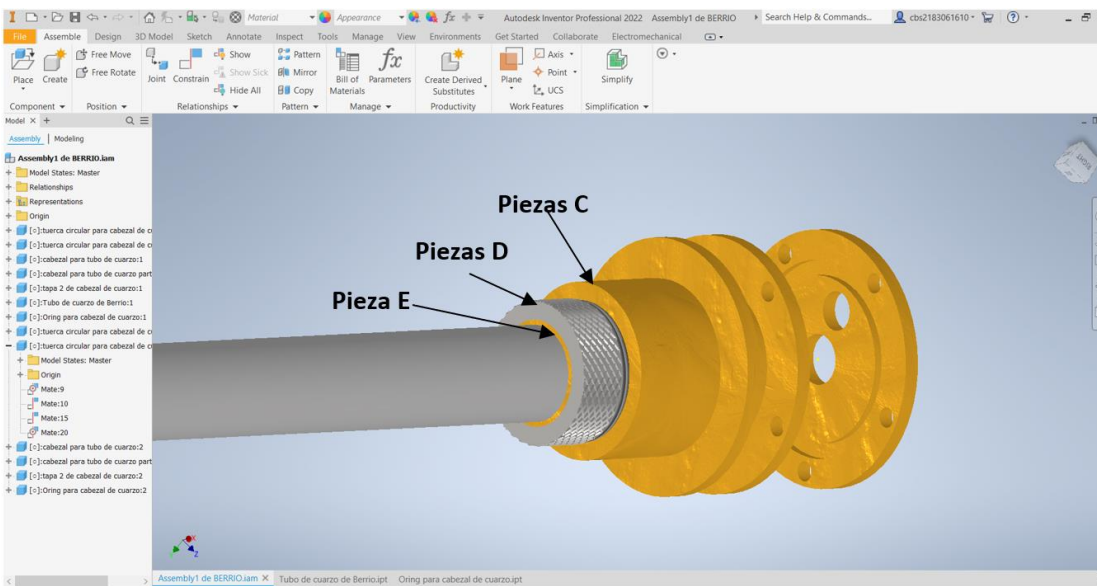


Figura 60. Ensamble de las piezas B, C, D y E.

Finalmente, se realiza el último ensamble en la Figura 61 que corresponde al de la pieza A con la pieza B.

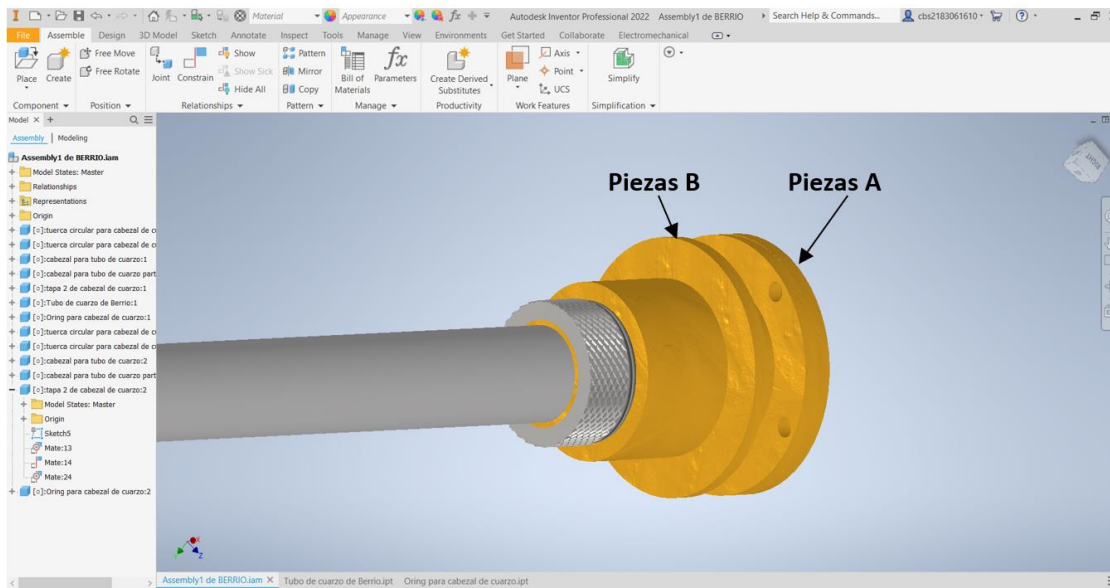


Figura 61. Ensamble de todas las piezas para formar un cabezal.

Apéndice 2

código de programación en Arduino

El código de control fue desarrollado por el Ing. Luis Antonio Guzmán Flores, compañero del posgrado y colega de trabajo en el Laboratorio de Termoquímica Solar, UAM-I, y que forma parte de su tesis de maestría en Energía y Medio Ambiente.

CÓDIGO DE ARDUÍNO

```
PID control code.
// ***** INCLUDES *****

#include <PID_v1.h> // PID CONTROL LIBRARY
#include           <Wire.h>
#include
<LiquidCrystal_I2C.h>           LiquidCrystal_I2C
lcd(0x27,16,2);
#define           MAX6675_SO           9
#define           MAX6675_CS           8
#define           MAX6675_SCK          13
float           Tem_Sen=0.0;
#include "max6675.h" //Thermocouple amplifier
//arduino           pins
int           thermoSO           =           9;
int           thermoCS           =           8;
int           thermoSCK          =           13;
int           SSR_PIN =11; //PWM out pulses
MAX6675 thermocouple(thermoSCK, thermoCS,
thermoSO);
//Arduino           Pins
int           state           =           0;
//Temperature           Cycle           Settings
uint16_t max_temp = 1000; //Setpoint (Degrees)
uint8_t soak_time = 20; //Time in steady state
(Minutes)
uint8_t ramp_rate = 35; //Heat rate (degrees/min)
uint8_t cool_down = ramp_rate; //Cooling rate
(degrees/min)
//PID           parameters
double           init_temp;
double           Input,           Output,           Setpoint;
uint8_t init_read = 1; //flag to prevent 2 temp
reads on first PID pass
uint32_t PID_interval = 1000; //time in ms to run
PID           interval
unsigned           long           lastTime;
double           ITerm,           lastInput;

double           kp,           ki,           kd;
int SampleTime = 1000; // Samples number
double           outMin,           outMax;
bool           inAuto           =           false;
#define           MANUAL           0
#define AUTOMATIC 1

#define           DIRECT           0
#define           REVERSE           1
int           controllerDirection=DIRECT;
void           setup()
{
pinMode(SSR_PIN,           OUTPUT);
Serial.begin(9600); //For           debug
lcd.clear();
Serial.println("           Starting           ");
lcd.init();
lcd.backlight();
lcd.setCursor(1,0);
lcd.print("Wellcome");
lcd.setCursor(1,1);
lcd.print("PEMA           UAMI");
delay(1500);
lcd.clear();
// Maximum and minimum dimensioning;
corresponds to Max.: 0=0V to 255=5V (PWMA), y
Min.: 0=0V to -255=5V (PWMB). The PWM will be
converted to the output in an absolute value,
never           negative.
outMax = 255.0; // PID controller maximum limit.
outMin = -outMax; // PID controller minimum
limit.
kp           =           0.002018; // PID           Parameters.
ki           =           0.0000002107;
kd           =           0.0005;
}
void           loop()
```

```

switch (state) {
case 0: //Ramp Up
run_cycle_time();
state = state + 1;
break;
case 1: //Soak Time
run_cycle_time();
state = state + 1;
break;
case 2: //Cool Down
run_cycle_time();
state = state + 1;
break;
case 3: //Finished
while(1);
}
void run_PID(double Kp, double Ki, double Kd,
uint16_t WindowSize, uint32_t time_interval)
{
double ratio;
uint32_t windowStartTime;
uint8_t buttons;
//Specify the links and initial tuning parameters
SetOutputLimits(0, WindowSize);
SetTunings(Kp, Ki, Kd);
SetMode(AUTOMATIC);
//This prevents the system from initially hanging
up
if(!init_read){init_read = 0;Setpoint = Setpoint +
1;}
else{read_temps();}
windowStartTime = millis();
Input = Tem_Sen;
Compute();
ratio = Output / WindowSize;
digitalWrite(SSR_PIN, 1);
while(millis() - windowStartTime < time_interval *
ratio);
digitalWrite(SSR_PIN, 0);
while(millis() - windowStartTime <
time_interval);
}
void run_cycle_time(void)
{
uint32_t initial_time = millis();
uint32_t elapsed_time;
double diff_time_min;
double cycle_time;
//This set of statements calculates time of cycle

```

```

phase
if(state == 0) //rising ramp, increasing
temperature
{
//Calculate time remaining in rise phase based on
temperature and rate
read_temps();
init_temp = Tem_Sen;
cycle_time = ((max_temp+30) -
init_temp)/ramp_rate;// Thermal inertia
}
else if(state == 1) //soak time
{
//Soak time is already determined
cycle_time = soak_time;
}
else if(state == 2) //falling ramp, decreasing
temperature
{
//Calculate time remaining in fall phase based on
temperature and rate each cycle
read_temps();
cycle_time = (Tem_Sen - init_temp)/cool_down;
}
//Determine time left in current phase
elapsed_time = millis();
diff_time_min = float(elapsed_time - initial_time)
/ 60000;
while(diff_time_min <= cycle_time)
{
if(state == 0) //rising ramp, increasing
temperature
{
//While increasing, Setpoint increases based on
elapsed time
Setpoint = (diff_time_min * ramp_rate) +
init_temp;
Serial.print(Input);
Serial.print(" ");
Serial.print("\t");
Serial.println(Output);
LCD.setCursor(1,0);
LCD.print("rampa");
LCD.print(Setpoint);
LCD.setCursor(1,1);
LCD.print(Input);
}
else if(state == 1) //soak time

```

```

{
Setpoint          =          max_temp;
Serial.print(Input);
Serial.print("          ");
Serial.print("\t");
Serial.println(Output);
lcd.setCursor(1,0);
lcd.print("mantet");
lcd.print(Setpoint);
lcd.setCursor(1,1);
lcd.print(Input);
}
else if(state == 2) //falling ramp, decreasing
temperature
{
//While decreasing, Setpoint increases based on
elapsed          time
Setpoint = max_temp - (diff_time_min *
cool_down);
Serial.print(Input);
Serial.print("          ");
Serial.print("\t");
Serial.println(Output);
lcd.setCursor(1,0);
lcd.print("cool");
lcd.print(Setpoint);
lcd.setCursor(1,1);
lcd.print(Input);
}
//Determine          current          temp
read_temps();
//Determine PID response based on current temp
run_PID(2, 5, 1, 255, PID_interval);
//Determine time left in current phase
elapsed_time          =          millis();
diff_time_min = float(elapsed_time - initial_time)
/
60000;
}
void          read_temps()
{
em_Sen=termopar.readCelsius();
delay (250);// delay time reading
return          Tem_Sen;
}
double          readTermopar()          {
uint16_t          v;
pinMode(MAX6675_CS,          OUTPUT);
pinMode(MAX6675_SO,          INPUT);
pinMode(MAX6675_SCK,          OUTPUT);
digitalWrite(MAX6675_CS,          LOW);
delay(1);
// Read in 16 bits,
// 15 = 0 always
// 14..2 = 0.25 degree counts MSB First
// 2 = 1 if thermocouple is open circuit
// 1..0 = uninteresting status
v = shiftIn(MAX6675_SO, MAX6675_SCK,
MSBFIRST);
v          <<=          8;
v= shiftIn(MAX6675_SO, MAX6675_SCK,
MSBFIRST);
digitalWrite(MAX6675_CS,          HIGH);
if          (v          &          0x4)
{
// Bit 2 indicates if the thermocouple is
disconnected
return          NAN;
}
// The lower three bits (0,1,2) are discarded status
bits
v          >>=          3;
// The remaining bits are the number of 0.25
degree          (C)          counts
return          v*0.25;
void          Compute()
{
if(!inAuto)return;
unsigned          long          now=millis();
int          timeChange=(now-lastTime);
if(timeChange>=SampleTime)
{
// Calculate All Errors.
double          error=Setpoint-Input;
ITerm+=(ki*error);
if(ITerm>outMax)ITerm=outMax;
else          if(ITerm<outMin)ITerm=outMin;
double          dInput=(Input-lastInput);
// Calculate the output function of the PID.
Output=kp*error+ITerm-kd*dInput;
if(Output>outMax)Output=outMax;
else          if(Output<outMin)Output=outMin;
// We save the value of some variables for the
next          calculation.
lastInput=Input;
lastTime=now;
}
void SetTunings(double Kp, double Ki, double Kd)

```

```

{
double      SampleTimeInSec      =
((double)SampleTime)/1000;
kp          =                      Kp;
ki          =      Ki      *      SampleTimeInSec;
kd          =      Kd      /      SampleTimeInSec;
}
void SetSampleTime(int NewSampleTime)
{
if      (NewSampleTime      >      0)
{
double ratio = (double)NewSampleTime /
(double)SampleTime;
ki          *=          ratio;
kd          /=          ratio;
SampleTime = (unsigned long)NewSampleTime;
}
}
void SetOutputLimits(double Min, double Max)
{
if(Min      >      Max)      return;
outMin      =          Min;
outMax      =          Max;
if(Output > outMax) Output = outMax;
else if(Output < outMin) Output = outMin;
}

```

```

if(ITerm> outMax) ITerm= outMax;
else if(ITerm< outMin) ITerm= outMin;
}
void SetMode(int Mode)
{
bool newAuto=(Mode==AUTOMATIC);
if(newAuto      &&      !inAuto)
{ // To change from manual to automatic, we
initialize      some      parameters.
Initialize();
}
inAuto=newAuto;
}
void Initialize()
{
lastInput=Input;
ITerm=Output;
if(ITerm>outMax)ITerm=outMax;
else      if(ITerm<outMin)ITerm=outMin;
}
void SetControllerDirection(int Direction)
{
controllerDirection=Direction;
}
}

```

Apéndice 3

Cálculo del gas necesario para suministro de cada reacción.

Con base a la literatura y las experiencias que se realizan en el laboratorio de termoquímica solar de la UAM Iztapalapa para disociar carbonatos, se utiliza un flujo volumétrico de 30 mL/min por cada 20 mg de carbonato. En este trabajo de investigación se usarán masas en magnitud de gramos. Por lo tanto, escalando los datos reportados por parte de laboratorio de termoquímica solar de la UAM-I se procede a determinar la cantidad de gas necesario para un gramo de muestra dentro del crisol.

CaCO ₃ [g]	N ₂ [mL/min]
0.02	30
1	1500

Por tal motivo, para un gramo de CaCO₃ se deben utilizar 1.5 litros/minuto de gas nitrógeno como gas de arrastre. Esto debe ser suministrado de manera controlado, por tal motivo, se ha utilizado un sistema de control de flujo volumétrico Matheson que proporciona un flujo de 20 L/min, lo cual equivale al 100 %. Por lo que, para poder obtener un flujo constante de 1.5 L/min de gas nitrógeno se determina de la siguiente manera.

N ₂ [L/min]	N ₂ [%]
20	100
1.5	7.5

Por lo tanto, para un gramo de CaCO₃ se introducirá 1.5 L/min de gas nitrógeno que ayudará a extraer el CO₂ durante la disociación. Así como también se suministrará la misma cantidad de gas de CO₂ en la recombinación para garantizar una saturación que beneficie la recombinación.



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

ACTA DE EXAMEN DE GRADO

No. 00129

Matrícula: 2213801062

DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN HORNO ELÉCTRICO PARA LA EVALUACIÓN DE COMPUESTOS TERMOQUÍMICOS PARA EL ALMACENAMIENTO DE LA ENERGÍA SOLAR CON ÓXIDOS Y CARBONATOS.

En la Ciudad de México, se presentaron a las 12:00 horas del día 24 del mes de octubre del año 2025 en la Unidad Iztapalapa de la Universidad Autónoma Metropolitana, los suscritos miembros del jurado:

DR. JOSE ANGEL DAVILA GOMEZ
DR. LUIS ANGEL SANTAMARIA PADILLA
DR. RUBEN JOSE DORANTES RODRIGUEZ




ALEXIS RIOS VILLANUEVA
ALUMNO

Bajo la Presidencia del primero y con carácter de Secretario el último, se reunieron para proceder al Examen de Grado cuya denominación aparece al margen, para la obtención del grado de:

MAESTRO EN CIENCIAS (ENERGÍA Y MEDIO AMBIENTE)

DE: ALEXIS RIOS VILLANUEVA

y de acuerdo con el artículo 78 fracción III del Reglamento de Estudios Superiores de la Universidad Autónoma Metropolitana, los miembros del jurado resolvieron:

Aprobar

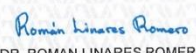
REVISÓ



MTRA. ROSALÍA SERRANO DE LA PAZ
DIRECTORA DE SISTEMAS ESCOLARES

Acto continuo, el presidente del jurado comunicó al interesado el resultado de la evaluación y, en caso aprobatorio, le fue tomada la protesta.

DIRECTOR DE LA DIVISIÓN DE CBI




DR. ROMAN LINARES ROMERO

PRESIDENTE



DR. JOSE ANGEL DAVILA GOMEZ

VOCAL



DR. LUIS ANGEL SANTAMARIA PADILLA

SECRETARIO



DR. RUBEN JOSE DORANTES RODRIGUEZ