



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA

**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN APARATO DE FREEZE-CASTING PARA LA
FABRICACIÓN DE PROBETAS CERÁMICAS CON POROSIDAD ALINEADA**

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL MECÁNICO

SEBASTIÁN ANDRÉS RIVAS VEGA

PROFESOR GUÍA:

ALI AKBARIFAKHRABADI

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:

RUBÉN FERNÁNDEZ URRUTIA

ÁLVARO VALENCIA MUSALEM

Este trabajo ha sido financiado mediante los fondos pertenecientes al Fondecyt N°1200141

SANTIAGO DE CHILE

2022

**RESUMEN DE LA MEMORIA PARA
OPTAR AL TÍTULO DE:** Ingeniero Civil
Mecánico

POR: Sebastián Andrés Rivas Vega

FECHA: 2022

PROFESOR GUÍA: Ali Akbarifakhrabadi

**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN APARATO DE FREEZE-CASTING
PARA LA FABRICACIÓN DE PROBETAS CERÁMICAS CON POROSIDAD
ALINEADA**

Freeze-casting corresponde a un proceso de fabricación de materiales versátil que tiene la capacidad de generar estructuras porosas en múltiples materiales. Con la motivación de emular las estructuras naturales es que nace dicha técnica, por lo que presenta una fuerte aplicación en materiales bio-inspirados; sin embargo, estas estructuras son deseadas en otros ámbitos como en la construcción de electrodos de celdas de combustibles de óxido sólido o membranas de separación de oxígeno, permitiendo la permeabilidad e interacciones químicas por medio de los poros presentes en dichos componentes. Ahora bien, no basta con la existencia de porosidades, sino que es necesario dar la morfología deseada a dichas estructuras, las cuales pueden estar alineadas generando un material anisotrópico o isotrópico según se requiera o, también se pueden necesitar poros con tamaños determinados.

Para lograr la implementación del proceso mencionado, se deben superar 4 etapas principales que corresponden a la suspensión o mezcla, solidificación o “Freeze Casting” como tal, sublimación o “Freeze Drying” y, el postratamiento o “Sintering”. Sin embargo, es en la segunda etapa de solidificación donde se centra el trabajo propuesto por el estudiante, debiendo realizar el diseño y construcción de un aparato o dispositivo de Freeze Casting para la fabricación de probetas cerámicas. Donde los objetivos específicos para lograr completar el trabajo son del ámbito de: el diseño y construcción del dispositivo, la realización de pruebas de funcionamiento e implementación de las respectivas correcciones al diseño y construcción, para finalizar con una optimización de los parámetros de control.

Los recursos disponibles para llevar a cabo el trabajo son: los softwares ANSYS y CAD Inventor en sus licencias estudiantil; las dependencias del laboratorio de materiales avanzados (AMLAB) y el taller mecánico del Departamento de Ingeniería Mecánica (DIMEC) y, además se cuenta con recursos monetarios por medio del fondo Fondecyt N°1200141.

Por último, el fin de este trabajo se concreta con la entrega del dispositivo capaz de realizar freeze-casting al AMLAB para que realicen los estudios que requieran ejecutar.

A mí.

Agradecimientos

En primer lugar, debo agradecer a mi familia. A mis padres que me han apoyado, motivado y aguatado. Quizás el camino fue más duro de lo que pensábamos, pero gracias por no dejarme tirar la toalla en ningún momento. Además, a mis hermanos que a pesar de que cada uno viva en su mundo paralelo, siempre hay una palabra, duda o al menos hacer como que es de su interés; gracias, Joaquín y Agustín.

Me gustaría continuar nombrando a entrañables amistades que logré construir durante mis primeros años en la universidad. A Andrés, Consuelo, Guille, Luckas y los trillizos Gabriel y Manuel, sin olvidar a Marcos. Gracias por apoyarme y sacarme muchas risotadas los viernes o en alguna junta en los años más complicados que tuve en la facultad.

No pueden faltar los mecani-amigos, que me han hecho disfrutar la universidad incluso jugando ajedrez tardes enteras. Sé que de acá saldrán algunos amigos para toda la vida y espero que así sea, así que Byron, Carlota, Cristóbal, Emiliano, Javier, Natha, Paula, Ralf y Víctor; nos vemos. También incluir a aquellos que no han sido tan cercanos, pero que aun así han sido relevantes en esta etapa.

También darle las gracias al profesor Ali por la oportunidad e infinita paciencia para conmigo. Al profesor Juan Carlos del taller, quien tuvo una paciencia, dedicación y una voluntad de oro para ayudarme a sacar esto adelante.

Por último, pero para nada menos importante, quiero agradecer a quien estuvo la vasta mayoría de días, noches, tardes y momentos dulces y agraces de esta y otras etapas que me han permitido estar en estas instancias. Muchas gracias Cami.

Tabla de Contenido

Introducción.....	1
1.1 Objetivos.....	2
1.1.1 Objetivo general.....	2
1.1.2 Objetivos específicos	2
1.2 Alcances.....	2
Antecedentes.....	3
2.1 Freeze-casting.....	3
2.1.1 Mezcla (Suspension).....	3
2.1.2 Solidificación (FreeZing).....	4
2.1.3 Sublimación (Sublimation).....	5
2.1.4 Postratamiento (Sintering)	5
2.2 Estado del arte	6
Metodología.....	8
3.1 General.....	8
3.2 Recursos	9
Diseño Conceptual.....	10
4.1 Criterios de diseño	10
4.2 Propuesta de diseño	10
4.2.1 Elementos mecánicos.....	10
4.2.2 Sistema eléctrico	12
Diseño preliminar	13
5.1 Sistema eléctrico.....	13
5.1.1 Calefactor	13
5.1.2 Controlador de temperatura	14
5.1.3 Sensor.....	14
5.1.4 SSR	15
5.1.5 Diagrama eléctrico	15
5.2 Sistema mecánico	16
5.2.1 Iteración I.....	16
5.2.2 Iteración 2	18
Diseño detallado	22

6.1	Caja del sistema controlador.....	22
6.1.1	Estructura metálica	22
6.2	Electrónica	23
6.3	Costos	25
	Pruebas.....	26
7.1	Iteración 1	26
7.2	Iteración 2	27
7.2.1	Dispositivo 1	27
7.2.2	Dispositivo 2.....	29
	Resumen del dispositivo.....	33
	Conclusión	34
	Bibliografía.....	35
	Anexo.....	36
	Anexo A. Memoria de cálculos y simulaciones	36
	Anexo B. Gastos	38
	Anexo C. Planos	39

Índice de tablas

Tabla 1: Criterios de diseño.....	10
Tabla 2: Características técnicas del calefactor.....	13
Tabla 3: Elementos de fijación.....	22
Tabla 4: Elementos electrónicos para ensamble del circuito.....	25
Tabla 5: Resultados pruebas en dispositivo 1.....	27
Tabla 6: Resultados pruebas en dispositivo 2.....	29
Tabla 7: Resumen de características.....	33
Tabla 8: Datos de la calidad de la malla de la simulación.....	36
Tabla 9: Parámetros aluminio.....	36
Tabla 10: Gastos.....	38

Índice de figuras

Figura 1: Esquema de las etapas del freeze-casting [3].	3
Figura 2: Proceso de solidificación y segregación del soluto [3].	4
Figura 3: Técnicas de freeze-casting y su correspondientes microestructuras en vista: A,B) unidireccional, C,D) bidireccional, E,F) radial, G,H) magnético, I,J) eléctrico y K,L) ultrasonido [1].	5
Figura 4: Dispositivo sin control de temperatura [6].	6
Figura 5: Configuración de dispositivo de freeze-casting costoso [7].	7
Figura 6: Esquema de metodología de trabajo.	8
Figura 7: Diseño conceptual.	10
Figura 8: Geometría interna y externa de la superficie fría.	11
Figura 9: Diagrama de bloques del sistema de control eléctrico.	12
Figura 10: Calefactor tipo boquilla [8].	13
Figura 11: Controlador PID de temperatura COMIND [8].	14
Figura 12: Termorresistencia tipo cartucho [9].	14
Figura 13: Relé de estado sólido COMIND [8].	15
Figura 14: Diagrama circuito eléctrico.	15
Figura 15: Termo escogido.	16
Figura 16: Temperatura promedio de la superficie fría vs el tiempo.	17
Figura 17: Pieza de superficie fría fabricada.	18
Figura 18: Barra de cobre dispositivo 1.	19
Figura 19: Tapa dispositivo 1.	19
Figura 20: Dispositivo con calefactor y sensor; dispositivo uno sólo con barra y; dispositivo 1 con superficie fría.	20
Figura 21: Barra y tapa dispositivo 2.	20
Figura 22: Dispositivo 2 y final con calefactor y sensor; vista superior y lateral.	21
Figura 23: Caja de control.	22
Figura 24: Conector macho C13.	23
Figura 25: conexión a tierra en la caja de control.	23
Figura 26: Distribución de circuito en la caja de control.	24
Figura 27: Rastro de bocanada de vapor en calefactor y superficie fría.	26
Figura 28: Dispositivo 1 sin poder cerrar por exceso de presión.	26
Figura 29: Temperaturas captadas en proceso de autotune para dispositivo 1.	28
Figura 30: Mínimo técnico de temperatura en Dispositivo 2.	29
Figura 31: Registro de temperaturas conseguidas en proceso de autotuning del Dispositivo 2.	30
Figura 32: Gráficos de estudio de casos para ajuste.	32
Figura 33: Dispositivo final en funcionamiento.	33
Figura 34: CAD mallado simulación ANSYS.	36

Introducción

Freeze-casting es un proceso para crear materiales con una porosidad dada. Dicha técnica está compuesta por cuatro etapas bien definidas y diferenciadas entre ellas. La primera corresponde a la mezcla, donde se combinan principalmente un soluto (materia prima para material a crear) y un solvente que, a pesar de ser generalmente líquido o agua, también puede ser una sustancia no acuosa. En segundo lugar, se encuentra el subproceso de solidificación o también llamado freeze-casting (al igual que su proceso general), pues es en este punto donde se tiene el control de las estructuras o nuevos materiales a fabricar, ya que basa su principio de funcionamiento en la solidificación del solvente al aplicar ciertas temperaturas bajo cero, generando diversas estructuras o nuevas morfologías de los materiales para así brindar propiedades únicas. Luego, se debe desechar el solvente solidificado para que las cavidades generadas en la fase previa queden libres y se formen realmente las porosidades, lo cual se realiza mediante un proceso de sublimación del solvente. La última etapa del proceso corresponde al postratamiento, que tiene como finalidad dar un mejor acabado, terminaciones o reforzar algunas características del material confeccionado.

La porosidad de los materiales es una característica fundamental en estos, afectando directamente en las propiedades mecánicas y, más aún, en cómo interactúan los materiales con su entorno. Es por lo anterior, que manipular dicha propiedad dentro de un material resulta primordial para diversas aplicaciones, tales como en electrodos de celdas de combustible de óxido sólido, membranas de separación de oxígeno o en materiales bioinspirados. Para los primeros dos materiales previamente mencionados, ser capaces de controlar el tamaño, morfología y distribución de dichas cavidades porosas, es fundamental para favorecer la permeabilidad e interacciones químicas de estos mismos con el medio en el que se encuentran.

A pesar de tratarse de una técnica conocida hace muchos años, ha sido poco utilizada a lo largo de los años y, hoy en día ha llamado la atención debido a una gran cantidad de aplicaciones posible. Sin embargo, los equipos encargados de este proceso muchas veces obedecen a intereses específico y no generales, por lo que se fabrican o encarga su fabricación de manera especial por un tema concreto.

El presente informe trata sobre el trabajo de diseñar y construir un aparato o dispositivo de freeze-casting entiendo este proceso como la segunda etapa de la técnica global, permitiendo controlar la temperatura de una superficie plana en un rango amplio de temperaturas bajo cero.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo general

Diseñar y construir de un artefacto de freeze-casting para la fabricación de probetas cerámicas con porosidad alineada.

1.1.2 Objetivos específicos

- Definir requerimientos o parámetros de funcionamiento del dispositivo.
- Realizar el diseño conceptual y modelado 3D del dispositivo mediante el software Inventor.
- Realizar cálculos y simulaciones térmicas mediante el software ANSYS fluent.
- Llevar a cabo selección y cotizaciones de materiales necesarios para la construcción.
- Construir el aparato y realizar feedback de los problemas detectados en esta instancia.
- Realizar pruebas de funcionamiento.
- Realizar correcciones al diseño y construcción.
- Establecer un diseño final y construir el aparato.
- Establecer parámetros óptimos de funcionamiento.

1.2 Alcances

El trabajo de título presente contempla el diseño, construcción y correcto funcionamiento de un dispositivo capaz de brindar una superficie plana a una temperatura determinada. Lo anterior, contempla la confección de planos, adquisición de materiales, manufactura o adquisición de los componentes y pruebas de funcionamiento.

Antecedentes

2.1 Freeze-casting

La técnica del Freeze-casting o Ice-templating, es una técnica versátil que tiene como objetivo principal la obtención de porosidades controladas en múltiples tipos de materiales, tales como cerámicos, metálicos y polímeros, entre otros [1]. A grandes rasgos, el principio de funcionamiento del proceso consiste en la solidificación controlada de una solución, seguida por la sublimación del solvente a muy baja presión y, así realizar un postratamiento al bloque o cuerpo generado. Dicho proceso es el que se aprecia en la Figura 1.

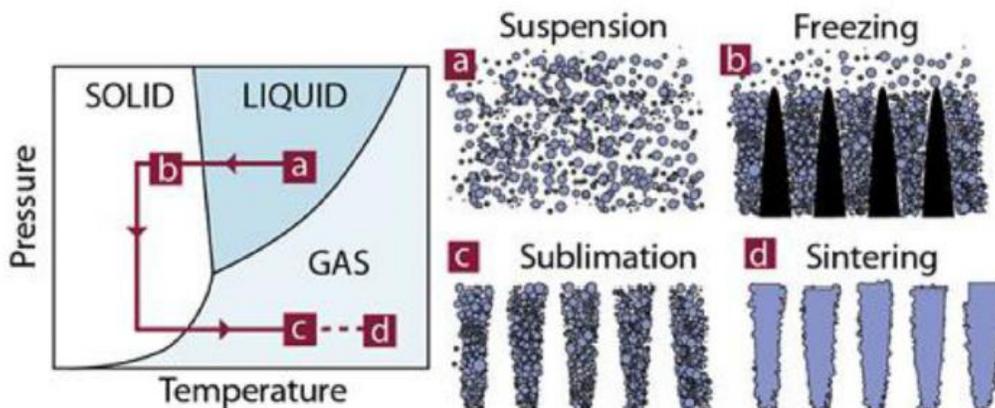


Figura 1: Esquema de las etapas del freeze-casting [3].

2.1.1 Mezcla (Suspension)

Es esta primera etapa se busca generar una solución o mezcla de un soluto y solvente, donde el soluto corresponde a material particulado que actuará como base del producto final y, en algunos casos, se añaden aditivos para favorecer características o etapas siguientes del proceso; mientras que, el solvente corresponde a una sustancia líquida que permite la suspensión del soluto. El soluto (como se dijo anteriormente) puede pertenecer varios tipos de materiales como metales, cerámicos o polímeros y, debe ser insoluble en el solvente.

Para el caso de los solventes, el mayormente utilizado corresponde al agua debido a su fácil acceso y punto de fusión; sin embargo, existen otros solventes utilizados como el canfeno, naphthalene-camphor2 y terbutanol [2]. El uso de diferentes solventes proporciona diferentes morfologías en la etapa de solidificación.

Tal y como lo sugiere el gráfico izquierdo de la Figura 1, esta etapa generalmente no necesita condiciones especiales de temperatura y presión, realizándose en los valores ambientales para dichos parámetros.

2.1.2 Solidificación (FreeZing)

Corresponde al proceso en el cual se generan las porosidades. Dichos elementos se generan tras la solidificación del solvente, tras la aplicación de uno o múltiples focos fríos a la mezcla previa.

A medida que las dendritas avanzan, estas van desplazando el soluto en la mezcla, es decir, las partículas suspendidas en el solvente son rechazadas del frente de solidificación y encapsuladas entre la dendrita adyacente, generando así una segregación de las partículas [3], como se puede observar en la Figura 2.

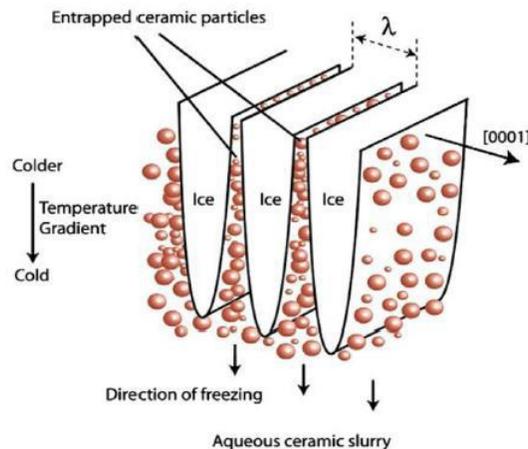


Figura 2: Proceso de solidificación y segregación del soluto [3].

Un parámetro importante en la segregación de las partículas es la velocidad del frente de solidificación (v), pues existe una velocidad crítica (v_{cr}) del frente de solidificación que, al excederse, las partículas no alcanzan a ser segregadas y comienzan a ser encapsuladas dentro del solvente solidificado, evitando así el resultado esperado de segregación. Ahora bien, existen diversas expresiones para v_{cr} , pero el denominador común en estas corresponde al postulado termodinámico que establece que para que exista el rechazo de una partícula por parte del frente de solidificación, se debe cumplir que la energía libre interfacial entre la partícula y el frente de solidificación (γ_{ps}) debe ser mayor a la suma de las energías libres interfaciales partícula-líquido (γ_{pl}) y líquido-sólido (γ_{ls}), generando así la condición principal:

$$\gamma_{ps} > \gamma_{pl} + \gamma_{ls} \quad (0.1)$$

Es importante tener en cuenta la temperatura del foco frío impuesta en el proceso, pues dependiendo de dicha temperatura varían las dimensiones de las estructuras prosas generadas y, además se pueden generar diversas estructuras que dependiendo de si las aplicaciones son deseadas o evitadas, como poros cuya sección transversal puede generar círculos (congelamiento laminar), copos de nieve (congelamiento dendrítico) o, hexágonos (congelamiento tipo panal) [3].

Por otro lado, la temperatura no es el único parámetro que varía la morfología de las porosidades en la fase de solidificación. También es clave el cómo es aplicado el foco frío, existiendo una gran diversidad de opciones y resultados que pueden ser tan simples como una superficie plana fría o molde de cobre a la misma temperatura de la superficie fría (ver letras E) y F) de la Figura 3). Siguiendo con la Figura 3, también se pueden aplicar diversas excitaciones a la mezcla para obtener un sinfín de diferentes configuraciones porosas, combinando focos fríos y excitaciones eléctricas, magnéticas o ultrasónicas. Las distintas excitaciones no sólo se limitan a las mostradas, sino que también pueden ser mediante movimiento de los recipientes o del foco frío, entre muchos otros sistemas.

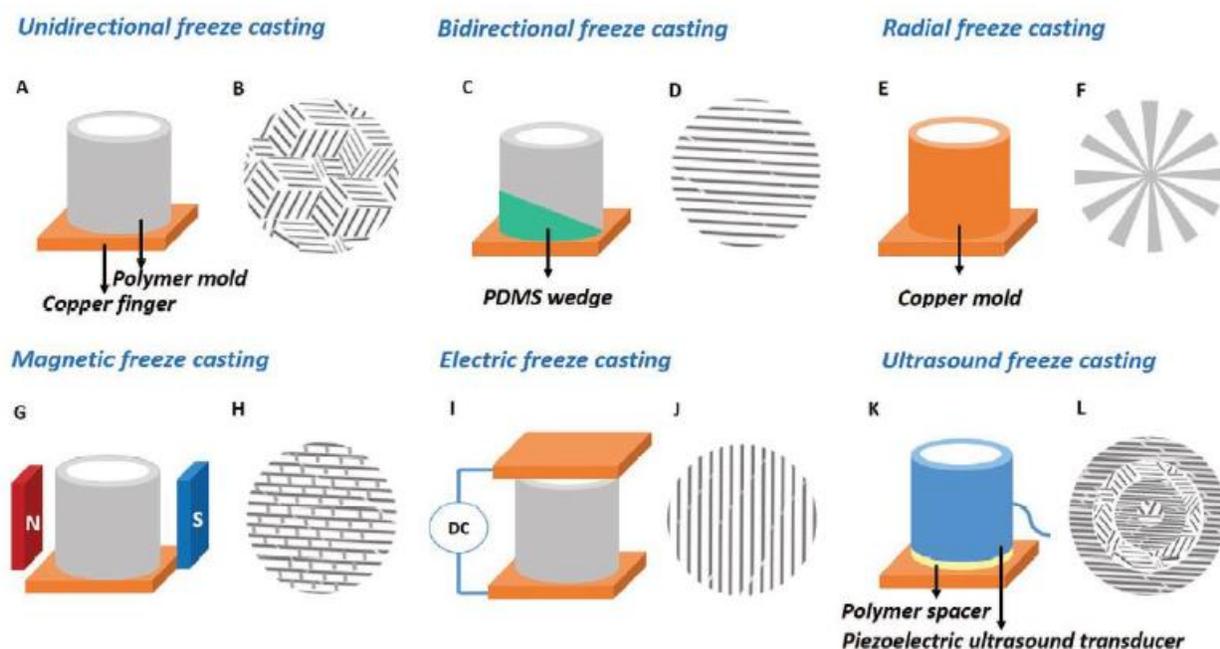


Figura 3: Técnicas de freeze-casting y su correspondientes microestructuras en vista: A,B) unidireccional, C,D) bidireccional, E,F) radial, G,H) magnético, I,J) eléctrico y K,L) ultrasonido [1].

2.1.3 Sublimación (Sublimation)

Si bien no es la última etapa del proceso, es la que da término al objetivo principal de la técnica consiguiendo un material compuesto casi en su totalidad por el material del soluto mediante la sublimación del solvente solidificado. La variación de parámetros en la sublimación tiene mayor injerencia en las propiedades del componente obtenido.

2.1.4 Postratamiento (Sintering)

Corresponde al tratamiento que el fabricante le quiera dar a material obtenido, el cual puede buscar diferentes objetivos como densificar o eliminar imperfecciones en porosidades.

A pesar de los diferentes pasos y subprocesos involucrados en la técnica, para efectos prácticos de este trabajo, se considera **freeze-casting** como el proceso de **solidificación**

previamente descrito. Lo anterior, debido a que es esta etapa que se asocia al proceso, y caracteriza a este mismo.

2.2 Estado del arte

Este fragmento se refiere exclusivamente al estado del arte de los aparatos para provocar el freeze-casting, es decir, las responsables de la solidificación de la mezcla.

Dentro del mundo de estos aparatos existe gran variedad de configuraciones y costos. Debido a que a pesar de ser una tecnología descubierta hace bastante tiempo, aún es empleada principalmente en laboratorios científicos, por lo que no existe un estándar concreto para dichos dispositivos en el sentido de cómo deben ser, qué temperaturas se deben alcanzar o cómo deben funcionar. Además, si añadimos las diversas formas en las cuales los focos fríos y sus combinaciones externas pueden ser empleadas, existe un universo de diversas propuestas, ya sean económicas o costosas.

A modo de ejemplo de dispositivos, se presentan a continuación dos completamente distintos:

El primero corresponde a un sistema simple que busca generar una gradiente de temperatura de -10°C a 20°C que está compuesto por un estanque de teflón (PTFE) y posee 6 tubos de cobre como, donde estos últimos se dejan reposar las mezclar para llevar a cabo el proceso. La particularidad de este dispositivo es su sencillez, puesto que a pesar de que sí cuenta con un sensor de temperatura, este no cuenta con un sistema de control de temperatura. Sin embargo, dependiendo del refrigerante al que se vea sometido, se podrán alcanzar temperaturas muy bajas.

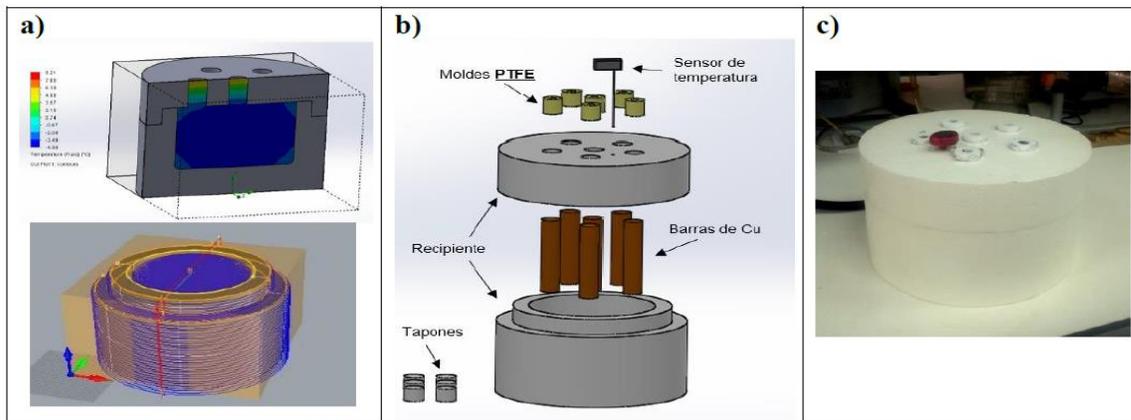


Figura 4: Dispositivo sin control de temperatura [6].

El segundo dispositivo representa todo lo opuesto al anterior, ya que tiene como misión lograr un control completo sobre el proceso de solidificación del freeze-casting, y así controlar completamente la morfología del material creado. El equipo presente en la Figura 5 cuenta con múltiples componentes; sin embargo, el principio de funcionamiento del proceso es el mismo.



Figura 5: Configuración de dispositivo de freeze-casting costoso [7].

Entonces, la basta variedad de dispositivos distintos que existes son respuesta a las necesidades particulares de cada investigador.

Metodología

3.1 General

La Figura 6 muestra el esquema del procedimiento a seguir en el trabajo de título. Dicha metodología se basa en un proceso iterativo entre diseño y pruebas, para así obtener un diseño detallado del dispositivo deseado.

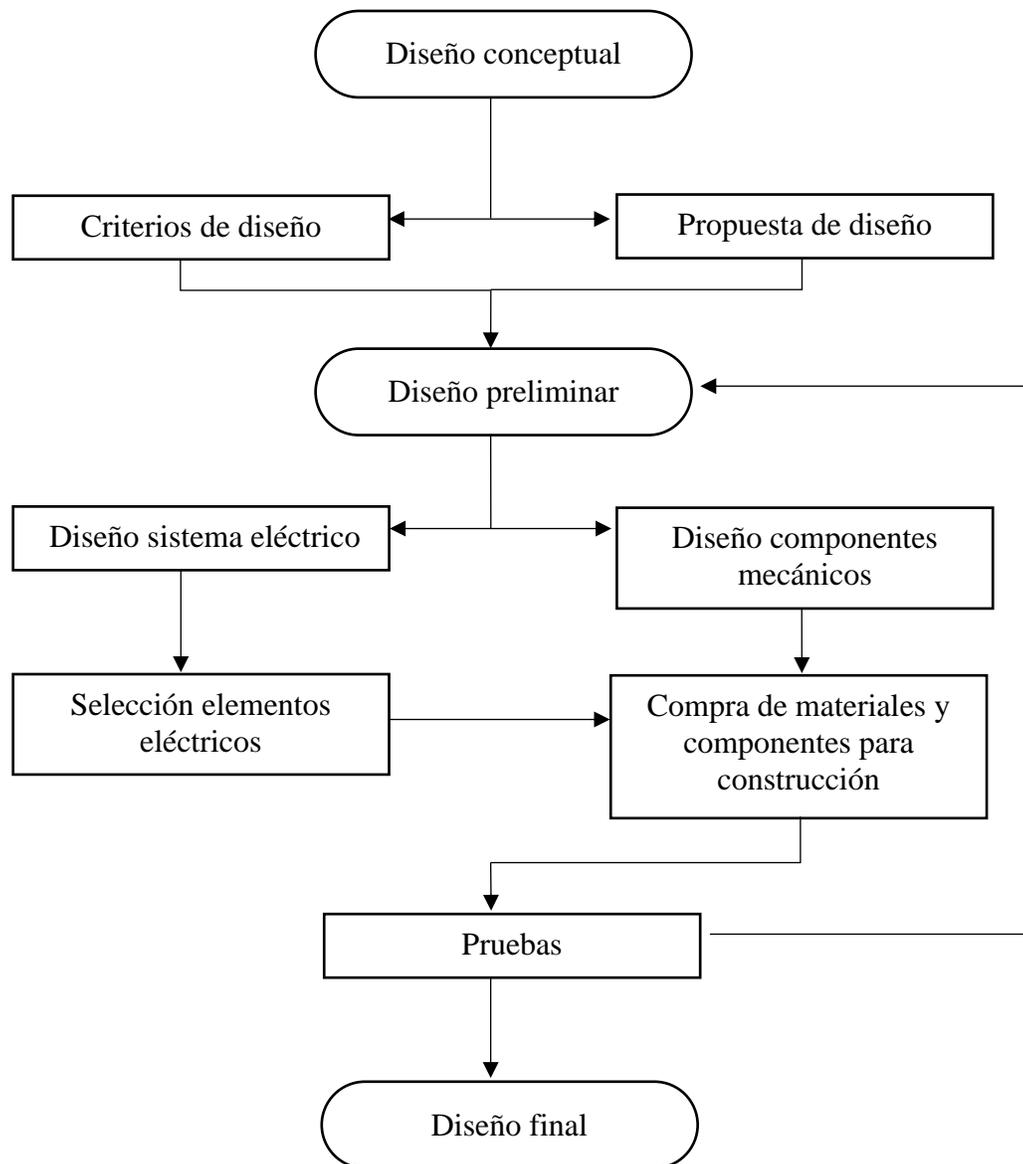


Figura 6: Esquema de metodología de trabajo.

3.2 Recursos

Los recursos a utilizar en el proyecto corresponden a Softwares, espacios de trabajo y pecuniarios:

- **Softwares**
 - Inventor: Utilizado para modelar 3D el dispositivo y así como para generar planos.
 - ANSYS fluent: Para realizar simulaciones térmicas del dispositivo.
- **Espacios de trabajo**
 - AMLAB: Advanced Materials Laboratory, cuenta con espacios ubicados en el edificio Beaucheff 851 que permiten realizar pruebas de funcionamiento del dispositivo.
 - Taller mecánico DIMEC: Lugar en el que se confeccionan las piezas que requieran mecanizado.
- **Pecuniarios**
 - Fondecyt N°1200141

Diseño Conceptual

4.1 Criterios de diseño

Tabla 1: Criterios de diseño.

Criterio	Valor
Rango de temperatura a controlar	0°C a -100°C
Superficie mínima	500 [mm ²]
Tiempo de control estable del T objetivo (variación de $\pm 1^\circ\text{C}$)	10 minutos
Refrigerante	Nitrógeno líquido

4.2 Propuesta de diseño

El diseño conceptual del dispositivo se presenta en la Figura 7 y está compuesto por 4 componentes principales. Estos se categorizan como mecánicos y eléctricos.

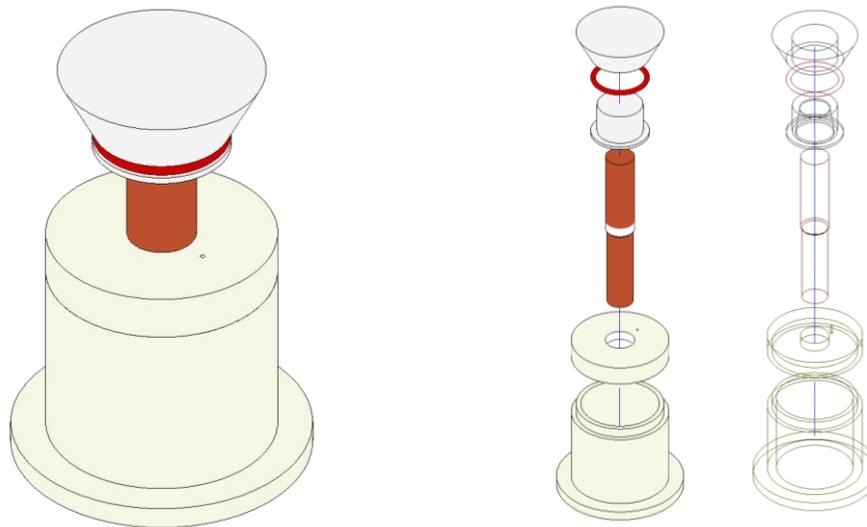


Figura 7: Diseño conceptual.

4.2.1 Elementos mecánicos

Contenedor

Compuesto por un recipiente y su respectiva tapa. Contemplado para albergar distintos tipos de líquidos refrigerantes, siendo el Nitrógeno líquido el de mayor exigencia térmica.

La tapa, en primera instancia cuenta con un respiradero para mantener evitar la acumulación de presiones excesivas en el interior del recipiente y, así, no requerir una válvula para controlar dicho parámetro. Además, se conecta a la barra de cobre mediante un hilo cónico tipo NPT para evitar fugas de Nitrógeno gaseoso por la barra de cobre.

Si bien la Figura 7 es únicamente para mostrar el concepto del objetivo, se cuenta con dos posibles opciones. La primera corresponde a una estructura compuesta por teflón (PTFE) que, gracias a su baja conductividad térmica, ser químicamente inerte y termoestable a bajas temperaturas; pero cuenta con la desventaja de que el PTFE es bastante costoso. La segunda opción corresponde a la adaptación de un termo o dewar de acero inoxidable, que posea doble pared para garantizar una baja conductividad térmica entre el refrigerante y el medio; su ventaja principal es el bajo costo de adquisición.

Barra de Cobre

Consiste en el componente principal del dispositivo, siendo el intercambiador de calor como tal y, el elemento estructural del sistema. Posee dos secciones para facilitar la fijación con la tapa del contenedor, siendo la superior de mayor diámetro que la inferior.

Estructura de superficie fría

Compuesta por dos piezas de aluminio, que tienen como misión ser la superficie fría del dispositivo. La primera pieza, corresponde a la que se conecta a la barra de cobre por medio de simple deslizamiento y, es excitado por un elemento calefactor para lograr el control de la temperatura deseado. La segunda pieza tiene el propósito de aumentar la superficie fría o de contacto con la mezcla de a procesar y, poseer algún tipo de inserción que permita la instalación de un sensor de temperatura.

La necesidad de este componente deriva del hecho de que el nitrógeno líquido se evapora rápidamente al entrar en contacto con un material a temperatura ambiente como la barra de cobre, por lo que la preservación de este recurso en el contenedor debe ser una prioridad; entonces se plantea no realizar el control de temperatura directamente en el cobre, y así, generar lo menor perturbación posible al nitrógeno. Es por lo anterior, que se propone la solución basada en una estructura de aluminio, que sin dejar de tener una buena conductividad térmica es menor a la del cobre lo cual lo hace menos reactivo a cambios de temperatura en el caso de verse afectada la capacidad de enfriamiento por agotamiento del refrigerante.

Por último, en la Figura 8 se aprecia la geometría interna para la conexión entre la estructura mencionada y la barra de cobre, la que se caracteriza por ser cónica, teniendo contacto sólo en el extremo superior de la barra, y así, garantizar la reducción de temperatura en la superficie de interés (superior) y evitar una mayor área de transferencia de calor con el cobre. El exterior de la pieza deja un amplio margen para el tamaño y características del calefactor.

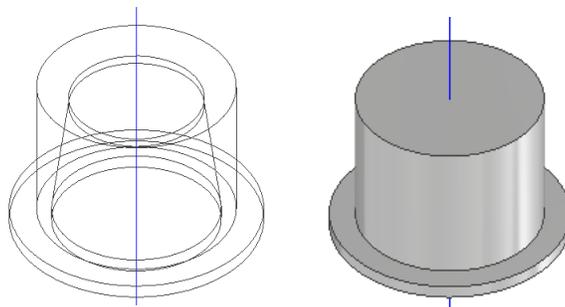


Figura 8: Geometría interna y externa de la superficie fría.

4.2.2 Sistema eléctrico

Para lograr un control adecuado de la temperatura, se opta por un controlador tipo PID que cuente con sistema de autotuning para los parámetros P, I y D, en conjunto con un sensor de temperatura, el actuador caracterizado como el calefactor (anillo rojo en la Figura 7) y un relé de estado sólido (SSR), generando así el diagrama de control de temperatura mostrado en la Figura 9.

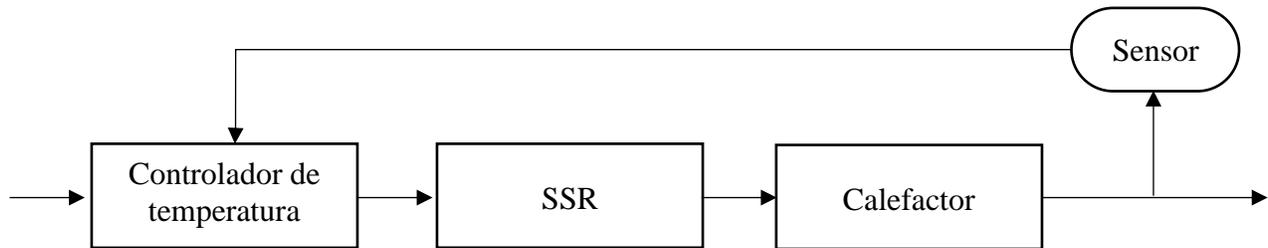


Figura 9: Diagrama de bloques del sistema de control eléctrico.

También, se consideran un fusible para evitar alzas de corriente en el sistema y un switch para prendido y apagado del aparato, entre otros componentes menores.

Diseño preliminar

5.1 Sistema eléctrico

Si bien se cuenta con todos los elementos principales para el funcionamiento del sistema del control de temperatura, en esta etapa no se contará con la confección ni diseño del contenedor del sistema de control, incluyendo conector, interruptores o conexión definitiva a la red.

5.1.1 Calefactor

Una de las mayores problemáticas del diseño corresponde al calefactor a utilizar, pues al pretender trabajar temperaturas bajo 0°C se producirá condensación y posterior solidificación del agua presente en el aire, existiendo así amenazas de posibles electrocuciones. Es por lo anterior, que se opta por utilizar un calefactor tipo boquilla, que cuentan con la característica de ser totalmente herméticos y, por lo mismo ser usados en ambientes proclives a derrames sobre estos. Estos dispositivos son cilíndricos emulando una abrazadera, lo que afecta inmediatamente el diseño presente hasta el momento. Las características técnicas del calefactor son dados en la Tabla 2.



Figura 10: Calefactor tipo boquilla [8].

Tabla 2: Características técnicas del calefactor.

Característica	Valor
Potencia	250 [W]
Voltaje	230 [V]
Amperaje máximo ¹	1,087 [A]
Diámetro interno	50 [mm]
Altura	40 [mm]

¹ Ver ecuación (0.1)

5.1.2 Controlador de temperatura

Este tipo de aparatos son ampliamente utilizados en la industria, por lo que el requerimiento principal es el de ser compatible con relés de estado sólido (SSR). Con el objetivo de minimizar el espacio a utilizar en la unidad de control de temperaturas, se exige uno del tipo 48 x 48 pues son típicamente los más pequeños de su tipo. Se selecciona el modelo BSG-04 fabricado por la empresa Componentes Industriales Ltda. (COMIND) presentado en la Figura 11, cuyas características principales son contar con la capacidad de utilizar un SSR y un ciclo de muestreo de alta velocidad de 0,1 segundos.



Figura 11: Controlador PID de temperatura COMIND [8].

5.1.3 Sensor

Para la selección del sensor existen dos parámetros principales. El primero es que sea capaz de soportar las temperaturas alcanzadas por el $N_{2,l}$ de alrededor -200°C por alguna caída al dicho líquido o derrame sobre el sensor. El segundo, es que sea compatible con el controlador para su configuración en un rango de entre -200°C y 0°C . Por lo descrito anteriormente, el único sensor que cumple con estos requisitos es el tipo PT100 correspondiente a una termorresistencia.

El seleccionado es de tipo cartucho esquematizado en la Figura 12. En particular, se opta por el menor diámetro posible para perturbar lo menos posible al sistema siendo de 3 [mm]; además se solicita un cartucho de 30 [mm] de largo y un largo del cable de 1 [mm] de largo. Este aparato se debe confeccionar de manera única. Se inserta a 2 [mm] de la superficie fría.



Figura 12: Termorresistencia tipo cartucho [9].

Otro aspecto importante es la presencia de 3 cables en la conexión, pues es el estándar en la industria que permite obtener mediciones confiables y, por ende, un buen control del proceso.

5.1.4 SSR

El relé debe ser monofásico y además debe cumplir las exigencias eléctricas del sistema. Sin embargo, se escoge en este caso está muy por sobre de lo requerido con una corriente máxima de 25 A por el hecho de comprar todos los componentes eléctricos del mismo proveedor, por comodidad a la hora de realizar la adquisición, pues este es el único que no podría ser proveído por múltiples negocios.



Figura 13: Relé de estado sólido COMIND [8].

5.1.5 Diagrama eléctrico

El sistema eléctrico es sumamente simple y se puede observar en la Figura 14. Consta de una caja metálica que lo encapsula con su respectiva tierra. Luego, debido a que el calefactor consume un máximo de cercano a 1 se buscará evitar subir de dicho rango en todo momento, por lo que no se admitirán amperajes mayores a 2 [A] mediante un fusible. Después la línea sigue hacia el switch o interruptor, quien es quien alimenta a todo el circuito. El SSR funciona como un segundo switch para el calefactor, el cual es comandado por el controlador según los datos de la termorresistencia y sensor son procesados.

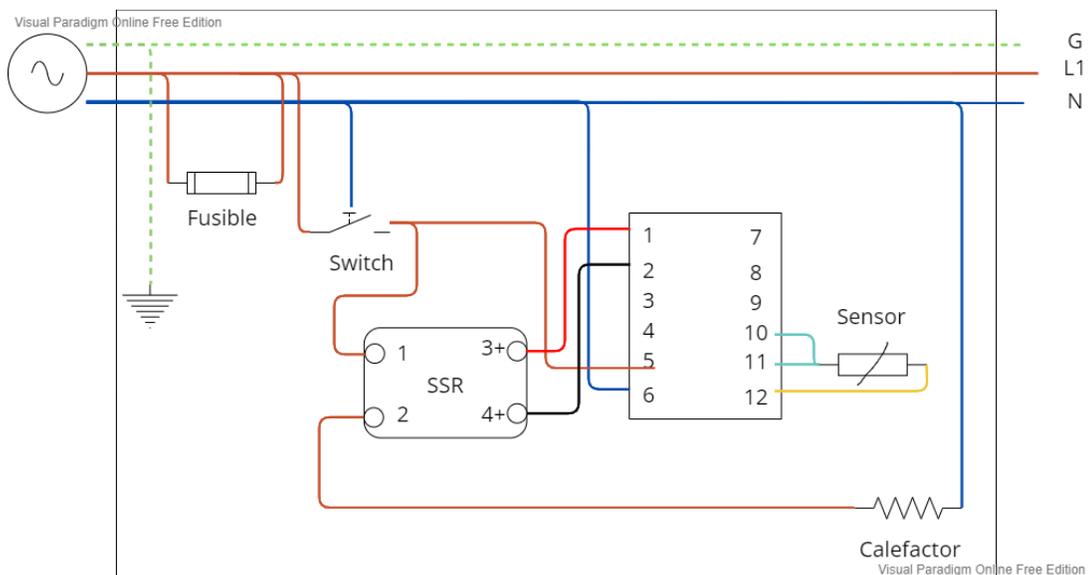


Figura 14: Diagrama circuito eléctrico.

5.2 Sistema mecánico

Para el diseño del sistema mecánico se trabaja con iteraciones, cuya cantidad depende del cumplimiento de los criterios de diseño.

5.2.1 Iteración I

En esta primera iteración, se realizan simulaciones en el software ANSYS fluent. Sin embargo, primero se propone el diseño a ser evaluado bajo los siguientes criterios y en concordancia con el diseño conceptual:

Barra de cobre

Dado que se requiere emplear hilo NPT, se propone un hilo $\frac{3}{4}$ " para poder ser fabricado con relativa facilidad y garantizar la labor estructural de la barra de cobre, debido a que exige un diámetro superior de la barra de 27 [mm]. La zona inferior de la barra se propone de menor diámetro para que ingrese fácilmente por la perforación de la tapa del estanco. El largo de la barra fijó como 90 [mm] en su zona inferior y 90 [mm] en la superior, una vez el estanco ya estaba visto.

Superficie fría

Se decide prescindir de una de las dos piezas que la componen y mantener únicamente la que se conecta con la barra de cobre. Ahora, como se requiere una superficie geometría cónica para evitar el contacto con la barra de cobre fuera de la zona de interés, se impone un diámetro exterior de 49 [mm], permitiendo así coincidir con las medidas disponibles de catálogo de los calefactores vistos en ese momento.

Estanco/Termo

Luego de comparar valores entre termos de acero inoxidable y el teflón (PTFE) para la fabricación de un estanco, se concluye que es mucho más conveniente optar por el primero, pues los diversos proveedores de PTFE no se encuentran dispuestos a vender trozos pequeños o retazos para la fabricación de la pieza. Se presume un estanco de 500 ml.

Para la selección y compra del termo se opta por alguno que no tenga rosca y así, facilitar la confección de la tapa, que al no poder ser de teflón será de Poliamida 6 negra, la cual se adapta al termo escogido. En la Figura 15 se observa el Dewar seleccionado, cumpliendo todos los requisitos dichos anteriormente.



Figura 15: Termo escogido.

Simulación

En primer lugar, los problemas principales a resolver son el enfriamiento de la barra de cobre y la vaporización del nitrógeno líquido ($N_{2,l}$) al tener contacto con el cobre a temperatura ambiente. Pero a la hora de realizar el análisis, resulta que tenemos un problema de conducción multidimensional en régimen transitorio, que puede expresarse como la **solución producto** de todas las soluciones unidireccionales siempre que todas las superficies del sólido estén sujetas a convección hacia el mismo fluido a la temperatura T_∞ , con el mismo coeficiente de transferencia de calor h , y que el cuerpo no genere calor [4]. Por lo tanto, al tener contacto con el aire y nitrógeno líquido se llevará a cabo simulaciones mediante el software ANSYS fluent.

Ahora, nos importa qué tanto y cuánto demora una barra de cobre dada en enfriarse mediante el contacto con nitrógeno líquido en un recipiente. Sin embargo, también desconocemos cómo es que nitrógeno ebulle al entrar en contacto con múltiples metales o el cobre, sino que es un área que tal como lo realizan Le-Duyn y compañía en [5], es un área que aún está en desarrollo para obtener cálculos reales. Entonces, para poder realizar la simulación señalada, se considerará que la superficie de la barra de cobre en contacto con el $N_{2,l}$ se encuentra a una temperatura constante (T_p) igual a la temperatura de ebullición del $N_{2,l}$ de alrededor de -196°C .

La última consideración para la simulación es que, lo que realmente nos importa es la temperatura en la superficie fría y en cuanto tiempo igualará la temperatura impuesta en las paredes de la barra de cobre, entonces se simularán conjuntamente la barra de cobre con la superficie fría (ver Figura 16: Temperatura promedio de la superficie fría vs el tiempo.). El principal objetivo de la simulación es corroborar que la potencia del calefactor es suficiente como para controlar el sistema.

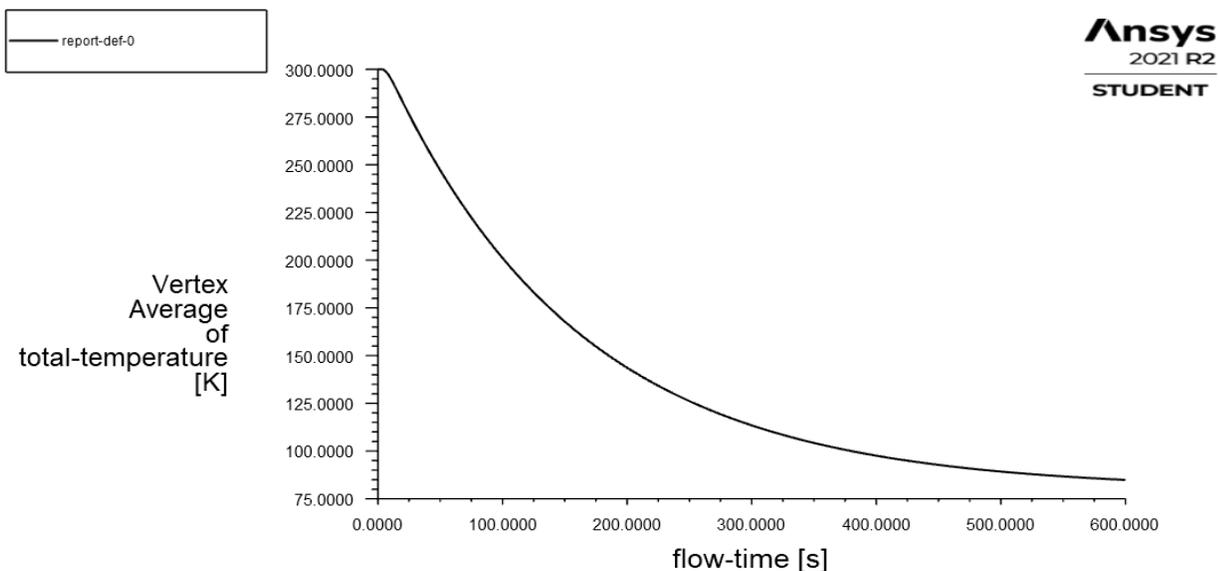


Figura 16: Temperatura promedio de la superficie fría vs el tiempo.

Según la simulación, la superficie fría necesita 10 minutos para llegar a los -169°C impuestos en la barra de cobre, por lo que el caso más extremo se obtendría la siguiente potencia requerida sería de 60 W, por ende, el calefactor previamente escogido no tiene problemas. El cálculo se puede encontrar en la sección de memoria de cálculo en Memoria de cálculos y simulaciones.

Construcción

En esta etapa sólo se fabrican los elementos principales del sistema, pues se privilegia el que exista un buen funcionamiento antes de seguir adelante. Entonces, los materiales adquiridos han sido:

- Barra Al2024 de 65 x 100 mm para la confección de la superficie fría.
- Barra cobre 1 ¼" x 250 mm para la confección de la barra de cobre.
- Barra de poliamida 100 x 100 mm. (Se compra sobredimensionada por si es necesario volver a fabricarla)

La confección de las piezas se lleva a cabo en el taller del departamento de ingeniería mecánica y no conlleva costo. Con respecto al valor de los materiales, en la sección Anexo B se encuentra el detalle. A continuación, se muestra la pieza de superficie fría, que cuenta en esta etapa con su versión final:



Figura 17: Pieza de superficie fría fabricada.

Por último, como se mostrará más adelante en la sección de pruebas, el diseño no resultó óptimo debido a que el reservorio o termo es demasiado pequeño, por lo cual se decide realizar una nueva iteración del diseño, para el cual sólo de debe agrandar el estanque y la barra de cobre. Sin embargo, el ya construido será modificado para ser un elemento de reserva o menor envergadura.

5.2.2 Iteración 2

En este caso, la evidente falta de almacenamiento y baja calidad aislante del termo escogido previamente desemboca en el cambio del recipiente. Esta vez se propone uno de una capacidad máxima de 1 L y con un tiempo de preservación del frío de al menos 24 hrs. El nuevo dispositivo será llamado como “Dispositivo 2” mientras que el previo como “Dispositivo 1”.

Dispositivo 1

Queda sujeto a 2 cambios principales. El primero corresponde a la modificación de la barra de cobre, pasando de tener 120 [mm] en la zona inferior y 65 [mm] en la superior, lo cual requirió volver a realizar el hilo NPT $\frac{3}{4}$ "

La segunda modificación corresponde a la ampliación del respiradero, que en un principio era de 3 [mm] a 4 [mm] de diámetro, colaborando en disminuir algunos de las problemáticas ocasionadas por el vapor generado por el $N_{2,l}$. Finalmente, se presentan algunas fotografías del dispositivo terminado:



Figura 19: Tapa dispositivo 1.



Figura 18: Barra de cobre dispositivo 1.



Figura 20: Dispositivo con calefactor y sensor; dispositivo uno sólo con barra y; dispositivo 1

Dispositivo 2

Como se dijo anteriormente, se cambia el recipiente por uno con mejores características de aislamiento y almacenaje. Esto provoca que se deban modificar otras piezas como la barra de cobre, que pasó a tener los mismos diámetro y rosca, pero con un largo de 250 [mm] en la zona inferior y 70 [mm] en la superior.

El cambio más significativo resulta ser la tapa confeccionada para el termo, puesto que debe recibir y afirmar toda la estructura del intercambio térmico. Esta nueva tapa consta con rosca externa, es decir, se fija al reservorio mientras está en uso. También es modificado el respiradero, el cual adopta forma de chavetero y es pasante por la tapa, sino que se encuentra a lo largo de la rosca, actuando como una válvula de alivio mientras se le da uso.

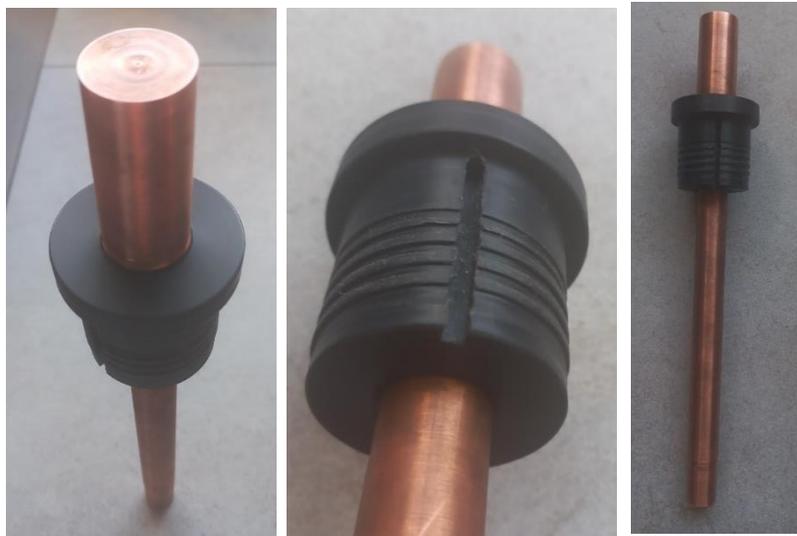


Figura 21: Barra y tapa dispositivo 2.



Figura 22: Dispositivo 2 y final con calefactor y sensor; vista superior y lateral.

Diseño detallado

Una vez corroborado el correcto funcionamiento del dispositivo, se procede a realizar el diseño final de la caja del controlador y definición de componentes secundarios y, optimizar parámetros del controlador PID.

6.1 Caja del sistema controlador

6.1.1 Estructura metálica

Luego de iterar el diseño de la caja de aluminio, se decide confeccionar una estructura compuesta por dos partes similares. Cada parte mencionada corresponde a 3 caras de un paralelepípedo, las cuales se conectan mediante pestañas (ver Anexo C) que a su vez poseen tuercas remarcables para un ensamblaje simple y rápido mediante pernos. En la Tabla 3 se especifican los elementos de fijación utilizados.

Tabla 3: Elementos de fijación.

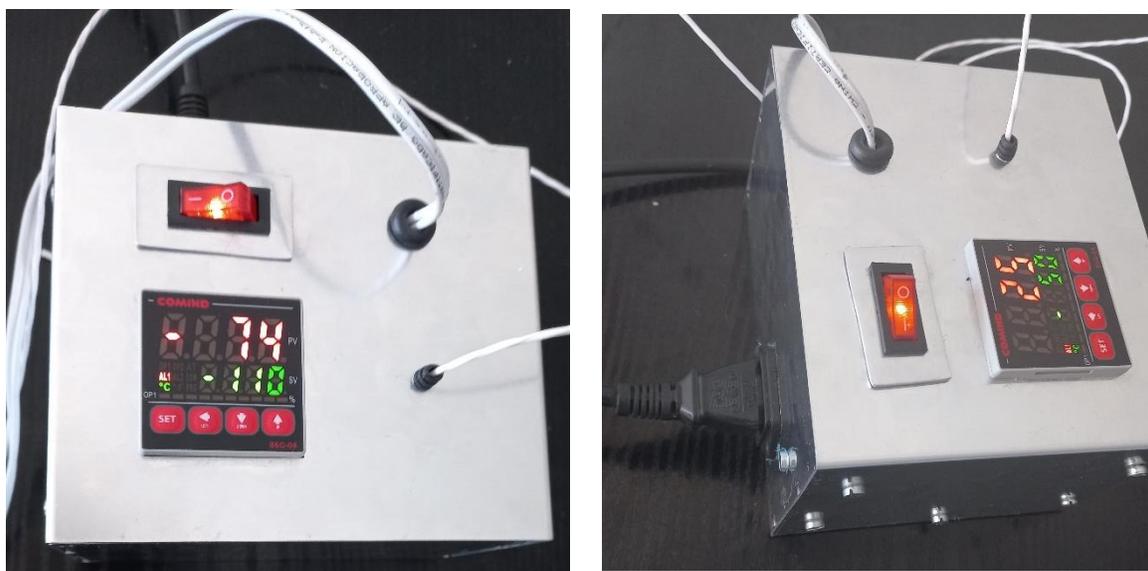


Figura 23: Caja de control.

Componente	Cantidad
Perno cil. cabeza ranurada M4- 0.7x10	13
Perno máquina Redonda ZIN 1/8 x 1/2	2
Tuerca hexagonal 8x8 M4 0.7	1
Tuerca hexagonal G2 NC ZIN 1/8	2
Tuerca remachable M4	12
Soportes silicona	4

6.2 Electrónica

Se procede a seleccionar e instalar los elementos de conexión y cables para el dispositivo final. Siendo uno de los principales elementos la conexión a la red domiciliaria por medio de un conector tipo C13, que tiene por finalidad el carácter modular de la caja de control y, así simplificar la gestión de cables (ver Figura 24). Además, se utilizan conectores terminales tipo hembra y horquilla para facilitar las conexiones y mantener el orden y estética dentro de la caja.



Figura 24: Conector macho C13.

Con respecto a los cables utilizados, estos no representan mayor complejidad en su elección, pues sólo responden a las necesidades del proyecto; sin embargo, se considera el uso de pasacables para evitar un desgaste acelerado del cableado exterior. En particular, el cable destinado para el neutro de colores amarillo y verde se conecta a la caja metálica por medio de una tureca hexagonal y perno mencionados en la Tabla 3 y, se puede observar en la Figura 25.

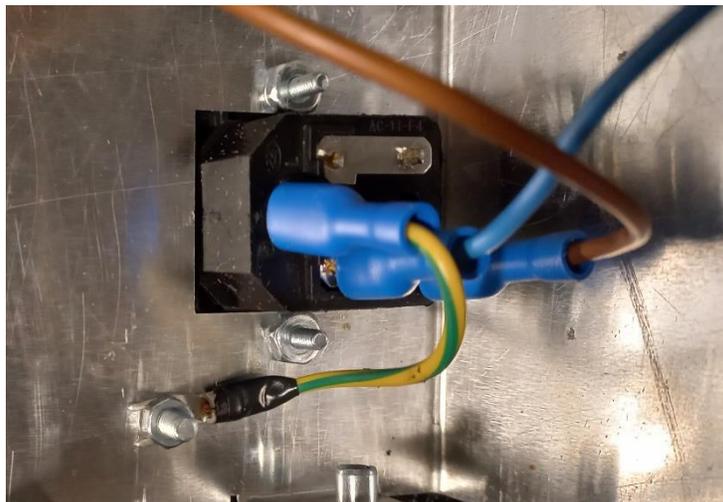


Figura 25: conexión a tierra en la caja de control.

La disposición espacial dentro de la caja es observada en la Figura 26, donde a la izquierda se encuentra la estructura superior y a la derecha la inferior. A continuación, se presenta la distribución mencionada con los elementos más importantes de esta:

1. Switch On/Off.
2. Conexión del controlador de temperatura a SSR.
3. Alimentación de controlador de temperatura.
4. Distribución múltiple por medio de conector aislante de la fase neutra de la red al calefactor, switch y controlador de temperatura.
5. Conexión de termorresistencia PT100 al controlador de temperatura
6. Conexión de tierra a caja metálica.
7. Conexiones de línea, neutro y tierra al conector C13 a la red.
8. Switch del SSR para el paso de corriente por medio de la línea al calefactor, según comandos del controlador de temperatura.
9. Conexión de SSR a controlador de temperatura.
10. Conector de línea desde red a switch On/Off.

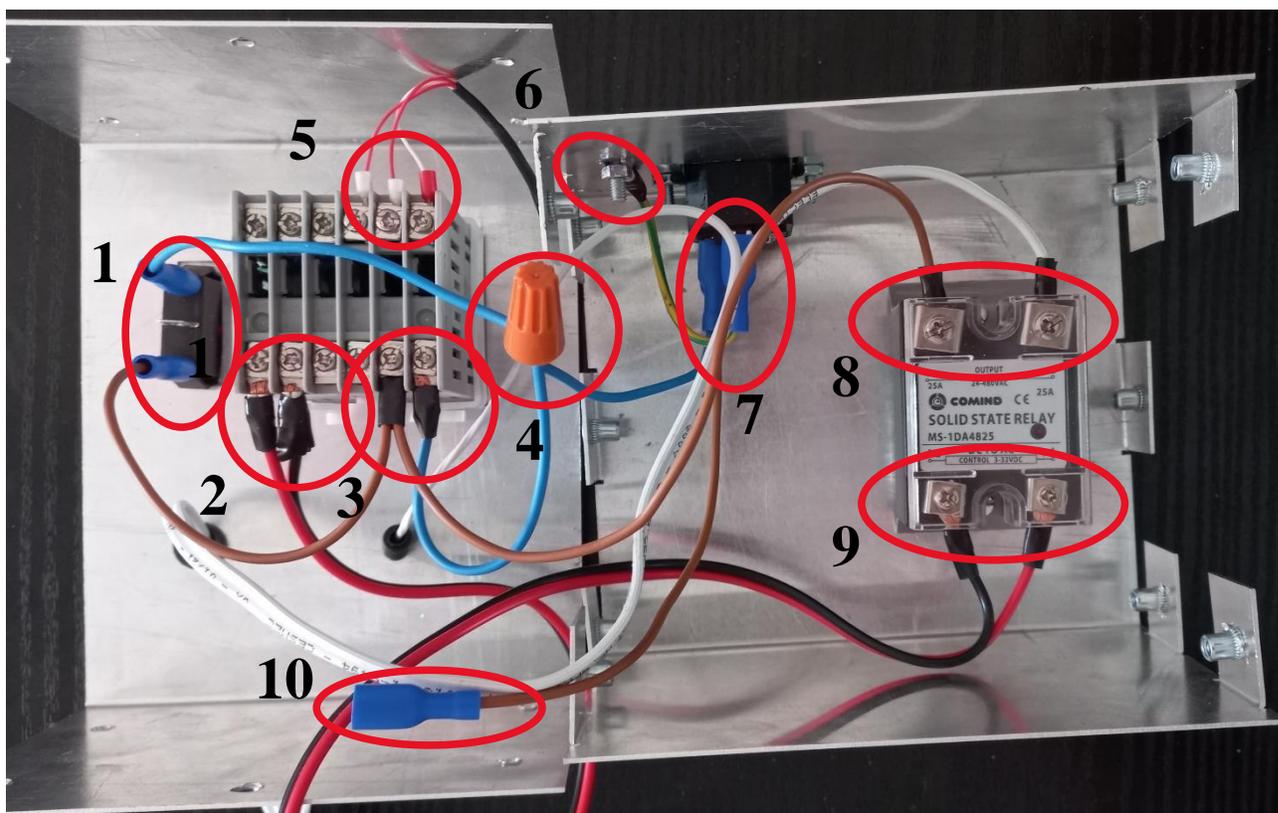


Figura 26: Distribución de circuito en la caja de control.

A continuación, se presenta una tabla con los componentes eléctricos utilizados en el ensamblaje del circuito:

Tabla 4: Elementos electrónicos para ensamble del circuito.

Componente	Cantidad
Cable 2x20 AWG 300V blanco	1.5 m
Cable 2x20 AWG 300V rojo y negro	-
Cable de poder c/conector hembra C13 250V 10A 1.8 m	1
Cable H05V-K amarillo/verde 0.75 mm ²	-
Cable H05V-K azul 0.75 mm ²	-
Cable H05V-K café 0.75 mm ²	-
Conector C13 macho con porta fusible 220-250V 10A	1
Conector plástico cónico aislante	1
Fusible 2A 5x20 mm rápido	1
Pasacable 4 mm	1
Pasacable bolita 4 mm	1
Terminal hembra 14-16 AWG	9
Terminal horquilla 14-16 AWG	6

6.3 Costos

Los gastos relacionados con la construcción de los dispositivos se pueden ver en el Anexo B, dando un total de \$336.754.

Pruebas

Las pruebas según las iteraciones realizadas en el diseño.

7.1 Iteración 1

Este primer intento se lleva a cabo con la primera iteración del dispositivo. Sólo se prueba un par de veces con el llenado del recipiente, pues se detectan variados problemas:

- El recipiente posee una pobre aislación térmica, ya que todas sus paredes se encuentran frías. Por lo tanto, existe un evidente intercambio térmico entre el ambiente y el recipiente.
- El respiradero para el alivio de presión y escape de $N_{2,g}$ es insuficiente e impide cerrar correctamente el recipiente para realizar las pruebas o labores estipuladas, debido a que se debe expulsar demasiado vapor para alcanzar una posición horizontal (ver Figura 28).
- La barra de cobre resulta muy corta en su zona inferior que tiene contacto con el refrigerante y, demasiado extensa en su zona superior que tiende a absorber calor del ambiente.
- Como se observa en la Figura 27, el respiradero provoca una bocanada de gas que presumiblemente puede afectar el correcto y uniforme control de temperatura de la superficie de interés.



Figura 28: Dispositivo 1 sin poder cerrar por exceso de presión.



Figura 27: Rastro de bocanada de vapor en calefactor y superficie fría.

Debido a las observaciones realizadas, no se llevaron a cabo registros de la temperatura mínima alcanzada, sino que, como se menciona en la sección anterior (5.2.1) se decide modificar significativamente las dimensiones del dispositivo, por lo que, lo fabricado hasta este momento será modificado para crear una versión funcional, mas no la principal.

7.2 Iteración 2

En esta instancia, se realizan pruebas de funcionamiento a ambos dispositivos, utilizando la misma nomenclatura anterior (Dispositivo 1 y 2).

7.2.1 Dispositivo 1

Tras las problemáticas detectadas en las pruebas anteriores, se realizan pruebas de funcionamiento al dispositivo original modificado. Dichas pruebas se realizan con el objetivo de caracterizar la mínima temperatura capaz de alcanzar el dispositivo y los parámetros del controlador para obtener temperaturas referenciales. Sin embargo, el problema con respecto al escape a presión señalado en la Figura 27 sigue presente, a pesar del aumento del diámetro del agujero.

Lo primero es definir los parámetros PID del controlador, y así tener noción de estos para conseguir un control de buena calidad. Con eso en mente, se llevan a cabo pruebas de temperatura mínima, búsqueda de parámetros del PID mediante autotune para múltiples temperaturas objetivo y su posterior análisis.

Tabla 5: Resultados pruebas en dispositivo 1.

Prueba	Resultados				
Temperatura mínima (sin control)	-60°C				
Control de temperatura objetivo	T° Objetivo	Parámetros P I D			
		P	I	D	Rest Windup ²
	-10 °C	29,4	198	39	-7
	-25 °C	31,4	184	36	-7
	-35 °C	33,8	185	37	-7
-50 °C	43,3	222	44	-10	

Debido a que la temperatura mínima en este caso resulta ser bastante alta, los parámetros son similares. Lo cual permite estipular un rango bastante acotado para los valores de control, dando paso a un control bastante confiable luego de un poco más de testeo.

Como se aprecia en la Figura 29 es posible ejercer fácilmente un control de temperatura al simplemente aplicar la función “autotune” del controlador. Ahora bien, existen muchas variaciones de ± 1 °C en los casos a), b) y d), e incluso de ± 2 °C en el c); lo cual se explica en que el hecho de excitar al sistema inyectando energía en diversas oportunidades (representado por los picos en los gráficos) deja poco margen de refrigerante para lograr el anhelado control de temperatura. Por lo tanto, es esperable que al utilizar los parámetros o similares de manera directa.

² Se agrega Rest Windup (srt), pues se requiere que cumpla $srt > -P/2$ y el fabricante recomienda encargar al sistema de autotuning su búsqueda.

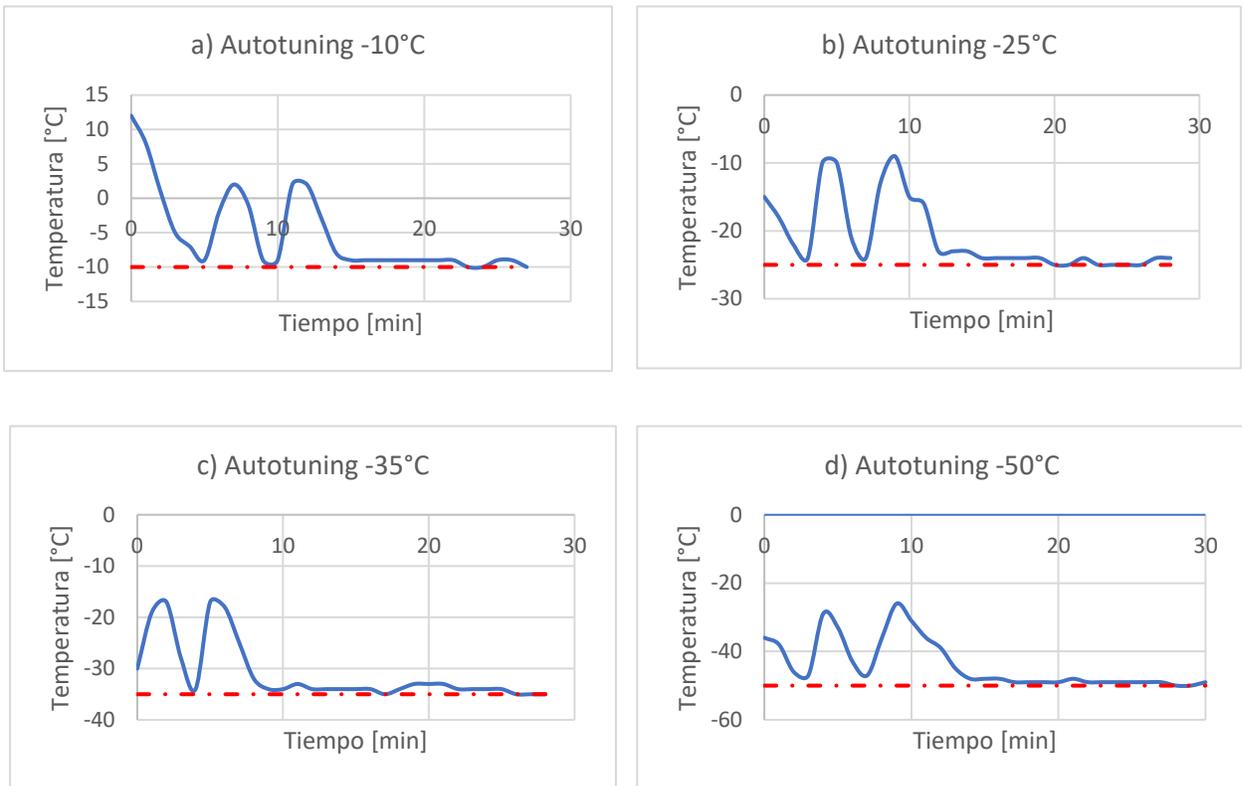


Figura 29: Temperaturas captadas en proceso de autotune para dispositivo 1.

Con respecto a cómo es que se comporta el aparato, lo más notorio siguen siendo las problemáticas mencionadas en la primera iteración, por lo que en este sentido no existe mayor cambio.

7.2.2 Dispositivo 2

Se pretende lograr lo mismo que en segmento anterior, por lo que se realizan las mismas pruebas. Si bien la temperatura mínima alcanzada es de $-135\text{ }^{\circ}\text{C}$, esto no implica que sea la mínima posible, pues esta es obtenida en sólo una carga de nitrógeno en el recipiente. Entonces, teniendo en cuenta lo anterior, resulta de interés conseguir el límite real del dispositivo al aplicar una nueva carga al Dewar. Los resultados son expuestos en la Figura 30, donde luego de 15 minutos de oscilaciones entre $-137\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $-139\text{ }^{\circ}\text{C}$, se llega a la conclusión que dicho límite se encuentra en $-139\text{ }^{\circ}\text{C}$ pues la carga remanente del termo era de aproximadamente del 50%, presumiendo así la existencia de un equilibrio térmico entre el dispositivo y el entorno.

Tabla 6: Resultados pruebas en dispositivo 2.

Prueba	Resultados				
Temperatura mínima (sin control)	$-135\text{ }^{\circ}\text{C}$				
Control de temperatura objetivo	T° Objetivo	Parámetros P I D			
		P	I	D	Rest Windup
	$-25\text{ }^{\circ}\text{C}$	39,1	250	50	-11
	$-50\text{ }^{\circ}\text{C}$	38,7	304	60	-12
	$-75\text{ }^{\circ}\text{C}$	68,4	457	91	-22
	$-100\text{ }^{\circ}\text{C}$	31,9	257	51	-9
$-120\text{ }^{\circ}\text{C}$	28,8	288	57	-9	

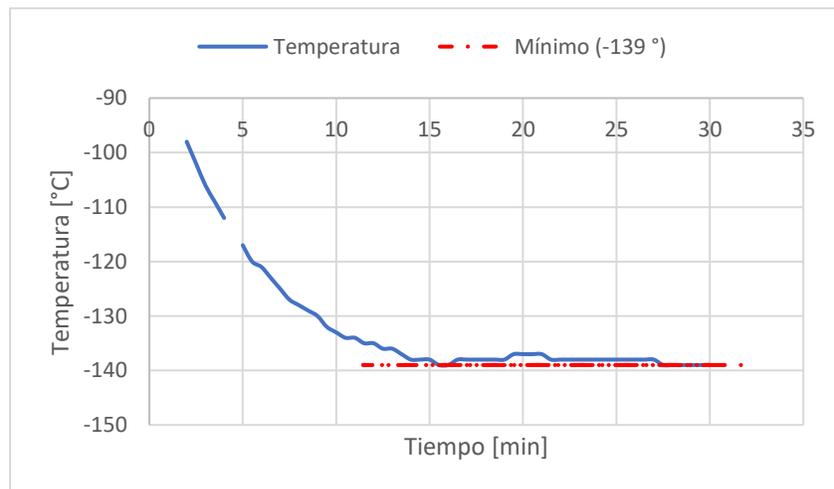


Figura 30: Mínimo técnico de temperatura en Dispositivo 2.

A diferencia del Dispositivo 1, en este caso el rango de temperatura a controlar es sumamente amplio, por lo que no se puede inferir mucho de los resultados obtenidos en la Tabla 6. Sin embargo, al utilizar los gráficos y datos numéricos representados en la Figura 31 provenientes del proceso de autotuning, es posible señalar que los procesos de más

exitosos resultan los que buscan alcanzar los $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ en los apartados b) y d) respectivamente, pues son los únicos en lograr el valor requerido y variar en torno a $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ahora, al analizar los parámetros PID de ambos casos, se obtienen valores similares para cada parámetro según su T° Objetivo, es decir, al existir una cercanía en los datos puede ser posible encontrar una combinación de parámetros tales que se pueda conseguir una temperatura deseada de manera sencilla.

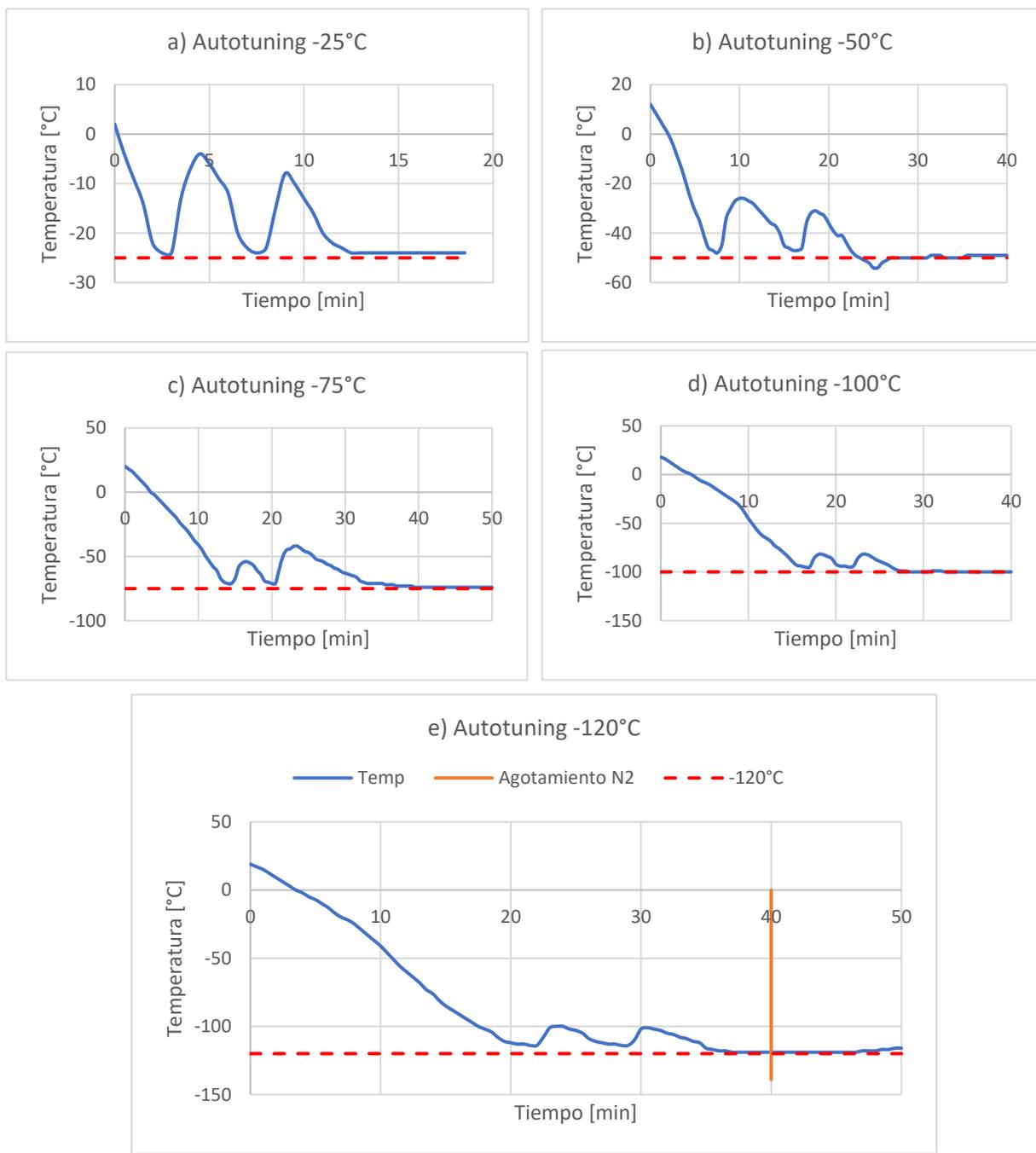


Figura 31: Registro de temperaturas conseguidas en proceso de autotuning del Dispositivo 2.

Entonces, con el propósito descrito anteriormente se propone realizar un ajuste lineal para cada variable, resultando las siguientes ecuaciones:

$$P = 0,136 \cdot T_{obj} + 45,5 \quad (0.1)$$

$$I = 0,94 \cdot T_{obj} + 351 \quad (0.2)$$

$$D = 0,18 \cdot T_{obj} + 69 \quad (0.3)$$

$$srt = -0,06 \cdot T_{obj} - 15 \quad (0.4)$$

Para probar la eficacia de la estandarización, se plantean 4 posibles casos de control:

1. Control desde temperatura ambiente a una temperatura relativamente alta en comparación al refrigerante: $T_{obj} = -15^{\circ}\text{C}$ con $T_0 = 25^{\circ}\text{C}$.
2. Control con alta inercia térmica próxima a la temperatura deseada: $T_{obj} = -40^{\circ}\text{C}$ con $T_0 = -15^{\circ}\text{C}$ en claro descenso.
3. Control con para una temperatura objetivo similar muy cercana a la actual: $T_{obj} = -60^{\circ}\text{C}$, con $T_0 = -62^{\circ}\text{C}$
4. Control con alta inercia térmica con temperatura objetivo mucho menor a la inicial: $T_{obj} = -80^{\circ}\text{C}$ con $T_0 = -25^{\circ}\text{C}$

Como resultado, en todos los escenarios se obtuvieron variaciones de no más de 1°C con respecto a la temperatura requerida. Lo que indica que el ajuste realizado es bastante acertado y puede usarse para obtener un control sumamente preciso en todo el rango de acción del dispositivo.

He de indicar que si bien el gráfico e) de la Figura 32 se indica un agotamiento del refrigerante, esto no presume que no se pueda realizar control en dichas temperaturas, pues en el proceso de autotune se debe excitar al sistema y, por ende, se fuerza la ebullición del nitrógeno para estimar los parámetros del controlador. Entonces, al igual que en el Dispositivo 1 se espera que, al aplicar directamente los parámetros correspondientes, se logre un buen control.

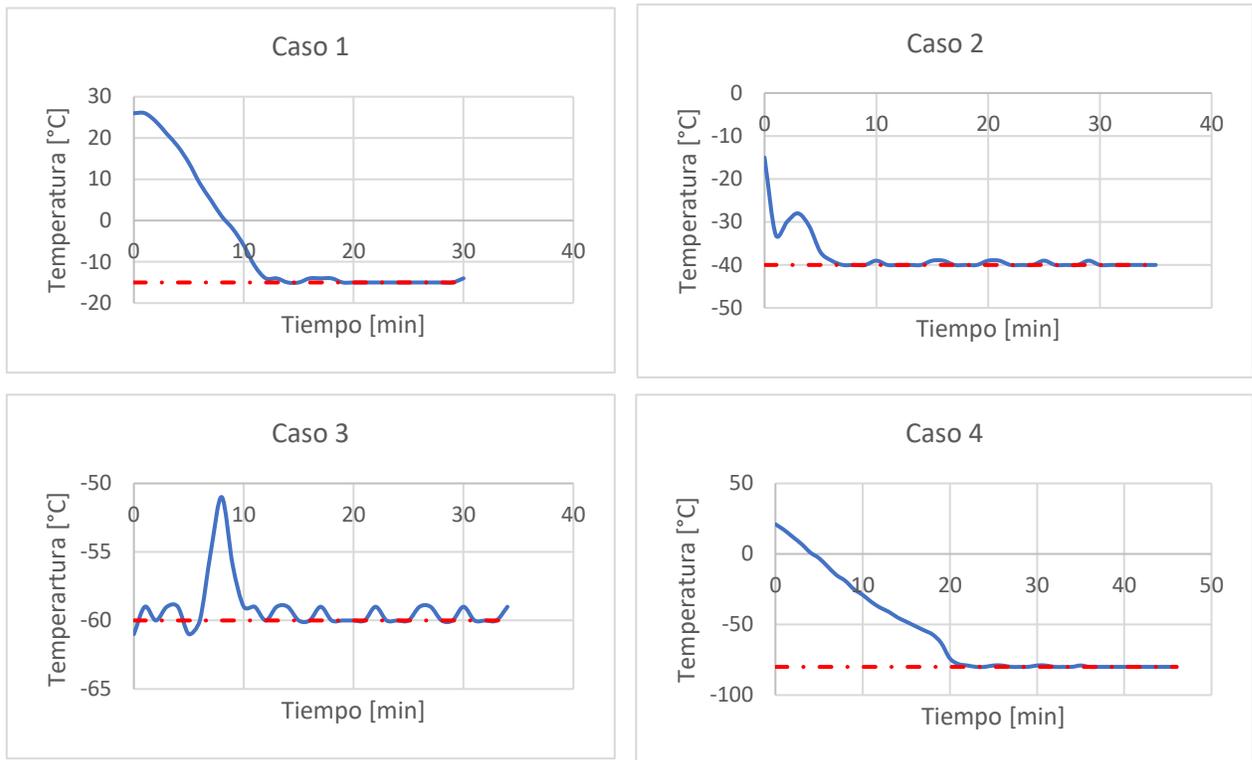


Figura 32: Gráficos de estudio de casos para ajuste.

Finalmente, con respecto al comportamiento del dispositivo, se deben mencionar mejoras notables con respecto al primer dispositivo y particularidades del nuevo:

- **Respiradero:** El hecho de generar un respiradero que no perfora la tapa, permite que los componentes involucrados directamente en el control de la temperatura no se vean afectados por el vapor generado por el nitrógeno líquido.
- **Tapa rosca:** Permite una mayor seguridad al momento de ingresar la barra de cobre al nitrógeno líquido, porque al ser más profunda y tener rosca se fija de manera segura y mucho más fácilmente. Además, como el respiradero está integrado en la rosca como una especie de chavetero, permite regular la presión del interior del termo, actuando como una válvula de alivio en los momentos en los que se acumula mucha presión.
- **Liberación de presión:** Es interesante notar que, al comienzo del proceso, se libera una gran cantidad de nitrógeno gaseoso por la inmensa diferencia de temperaturas entre el cobre y el $N_{2,l}$. Luego, a medida que se enfría la barra se entra en un estado mucho menos turbulento, por lo que la tapa se va apretando cada vez más para conseguir la mayor cantidad de cobre dentro del nitrógeno. Sin embargo, en todas las pruebas realizadas, se genera una acumulación y liberación de presión entre los -40°C y -60°C , para lo cual hay que estar atentos al comportamiento del dispositivo para desatornillar la tapa y permitir que dicha presión sea liberada tranquilamente.

Resumen del dispositivo

Se concluye el trabajo con un aparato principal mencionado como Dispositivo 2 durante este informe, cuyas cualidades se resumen en la tabla a continuación y se muestra en funcionamiento en la fotografía siguiente

Tabla 7: Resumen de características.

Capacidad máxima de refrigerante	1L
Temperatura mínima de funcionamiento	-139°C
Rango de control de temperatura testeado	-15°C a -120°C
Estandarización de parámetros de control	Sí
Error de control de temperatura	$\pm 1^\circ\text{C}$
Superficie de enfriamiento	$\sim 1800 \text{ [mm}^2\text{]}$



Figura 33: Dispositivo final en funcionamiento.

Conclusión

Durante el trabajo título se han logra diseñar y construir dos aparatos de freeze-casting para la fabricación de probetas cerámicas con porosidad alineada.

El trabajo realizado tuvo un costo de \$336.143, el cuál ha sido gastado principalmente en materiales, pues se ahora mucha mano de obra con la presencia del taller mecánico de la facultad.

Se profundiza el conocimiento de los controladores de temperatura, circuitos eléctricos, procesos de manufactura tradicionales como tornos y fresas y, noción de cuáles son los límites de dichos campos o actividades.

Como recomendaciones para lograr caracterizar de mejor manera el dispositivo, se plantea lo siguiente:

- Para la fase de prueba del freeze-casting, es interesante caracterizar el impacto térmico en la superficie fría al contacto con la mezcla a someter al proceso.
- Realizar experimentaciones sin el proceso de descenso de temperatura, sino que iniciar todo el control con la barra y superficie fría a la temperatura del nitrógeno líquido. Con lo anterior, será posible obtener nuevos valores de PID para orientar un control hacia el alza de temperatura, en vez del descenso.

Objetivos

Se cumplió el objetivo principal y casi todos los objetivos específicos:

- Se definieron los requerimientos o parámetros de funcionamiento del dispositivo, desde los cuales se tuvo que variar el diseño emergente en un punto del trabajo.
- Se realiza diseño conceptual brindado flexibilidad en el cómo aplicar la idea base, ya que se pudo variar en más de una oportunidad.
- Realizar cálculos y simulaciones en ANSYS fluent, si bien se hicieron, estos han sido muy pequeño. Pues se requería de técnicas y conocimientos que consumieron demasiado tiempo y recursos.
- Se realizan variadas cotizaciones, por lo que se deben tomar decisiones de diseño enfocado en el gasto que representaba la adquisición de uno.
- Se construyó el primer prototipo del artefacto que no cumplió los requerimientos de temperatura mínima, por lo que se creó un feedback del diseño y constructibilidad para mejorar el equipo y diseño.
- Se llevan a cabo variadas pruebas de funcionamiento no sólo del aparato principal, sino que del prototipo que puede servir como equipo de apoyo.
- Se llegó a un diseño final que cumple con todos los requisitos impuestos.
- Luego de corroborar el buen funcionamiento del equipo, se indagó en algún método para estandarizar los parámetros de control PID realizando un ajuste lineal a los mejores resultados, que posteriormente fueron comprobados.

Bibliografía

- [1] G. Shao, D. A. H. Hanaor, X. Shen y A. Gurlo, «Freeze Casting: From Low-Dimensional Building Blocks to Aligned Porous Structures - A Review of Novel Materials, Methods, and Applications,» *Advanced Materials*, 2020.
- [2] K. L. Scotti y D. Dunand, «FreezeCasting.net Database,» 2018. [En línea]. Available: <http://www.freezecasting.net/freezecast.html>.
- [3] Y. Du, N. Hedayat, D. Panthi, H. Ilkhani, B. J. Emiley y T. Woodson, «Freeze-casting for the fabrication of solid oxide fuel cells: A review,» *Materiala*, vol. 1, pp. 198-210, 2018.
- [4] Y. A. Cengel y A. J. Ghajar, *Transferencia de calor y masa*, Mc Graw Hill, 2011.
- [5] L.-D. Nguyen, M. Kim, K. Chung y B. Choi, «Transient pool boiling of liquid nitrogen (a safe analogue of LNG) on AISI 304 stainless steel flat surfaces,» *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 176, 2021.
- [6] P. Trueba, J. A. Rodríguez-Ortiz, J. R. B. Suárez y Y. Torres, «DISEÑO Y FABRICACIÓN DE UN DISPOSITIVO PARA LA OBTENCIÓN DE,» *ResearchGate*, 2017.
- [7] C. D. Christiansen, K. K. Nielsen y R. Bjork, «Novel freeze-casting device with high precision thermoelectric temperature control for dynamic freezing conditions,» *Review of Scientific Instruments*, vol. 91, 2020.
- [8] Componentes Industriales Ltda., «COMIND INDUSTRIES,» [En línea]. Available: <https://www.comind.cl/>. [Último acceso: Febrero 2022].
- [9] COMIND INDUSTRIES, «Catálogo Sensor Tipo Cartucho,» [En línea]. Available: <https://www.comind.cl/wp-content/uploads/2022/01/Medicion-y-control.pdf>. [Último acceso: Febrero 2022].

ANEXOS

Anexo A. Memoria de cálculos y simulaciones

Amperaje calefactor

$$I[A] = \frac{P[W]}{V[V]} \quad (0.1)$$

Simulación

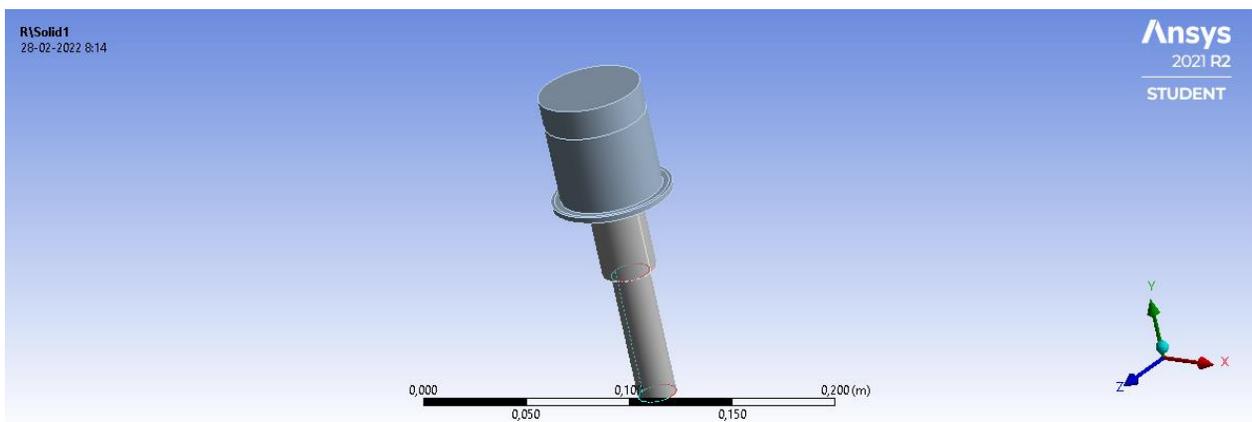


Figura 34: CAD mallado simulación ANSYS.

Tabla 8: Datos de la calidad de la malla de la simulación.

Parámetro	Mínimo	Máximo	Promedio	Desv. Estándar
Skewness	$2,49 \times 10^{-4}$	0,84761	0,23707	0,11086
Aspect Ratio	1,1655	10,845	1,8549	0,42157

Potencia máxima requerida por calefactor

$$P [kW] = \frac{Q [kJ]}{t [s]} \quad (0.2)$$

$$Q [kJ] = m [kg] \cdot c_p \left[\frac{kJ}{kg \cdot K} \right] \cdot \Delta T [K] \quad (0.3)$$

Para el cálculo correspondiente, los datos son los siguientes:

Tabla 9: Parámetros aluminio.

Parámetro	Valor
Masa aluminio	0,18 [kg]

c_p	$0,897 \left[\frac{kJ}{kg \cdot K} \right]$
-------	--

$$Q = 0,18 \cdot 0,897 \cdot (300 - 77) \Rightarrow Q = 36 [kJ] \quad (0.4)$$

$$\Rightarrow P_{max} = 0,06 [kW] = 60 [W] \quad (0.5)$$

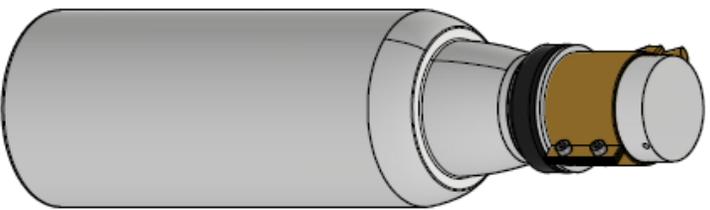
Anexo B. Gastos

Tabla 10: Gastos.

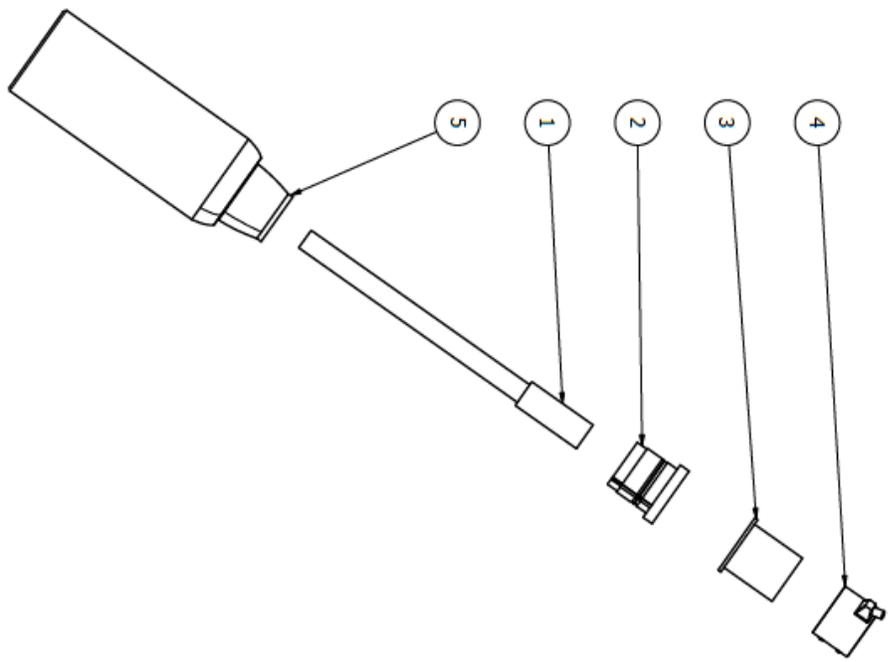
Material	Descripción	Proveedor	Cantidad	Precio	+IVA
AL2024	Barra 65 mmx100mm	Aceros Muller	1	\$ 10.560	\$ 12.566
Cobre	Barra 1 1/4" x 250 mm	Aceros Muller	1	\$ 27.885	\$ 33.183
Poliamida	Barra 100 mm x 100 mm	Plasticos Stgo	1	-	\$ 10.353
Termo 1	500 ml	JUMBO	1	\$ 20.588	\$ 24.500
PID	Control Temperatura	COMIND	1	\$ 36.168	\$ 43.040
Relé (SSR)	Control Temperatura	COMIND	1	\$ 21.200	\$ 25.228
Sensor	PT100 3mm x x25 mm	COMIND	1	\$ 23.600	\$ 28.084
Resistencia	Boquilla 50mm x 40 mm 250W	COMIND	1	\$ 16.653	\$ 19.817
Cobre	Barra 1 1/4" x 380 mm	Aceros Muller	1	\$ 42.385	\$ 50.438
Termo 2	1 L	Falabella	1	-	\$ 31.990
-	Tuerca remachable M4	Industria de Pernos Irua Ltda.	15	-	\$ 2.587
-	Perno cil C/Rda.Zin M4 -0,7x10	Industria de Pernos Irua Ltda.	15	-	\$ 1.335
-	Perno Maq. Rda Zin 1/8x1/2	Industria de Pernos Irua Ltda.	2	-	\$ 41
-	Tuerca Hex G2 NC ZIN 1/8	Industria de Pernos Irua Ltda.	2	-	\$ 41
-	Corte láser y pliegue	Proyectos DyE Ltda.	-	\$ 45.000	\$ 53.550
				Total	\$ 336.754

Anexo C. Planos

Vista Isométrica (1:2)



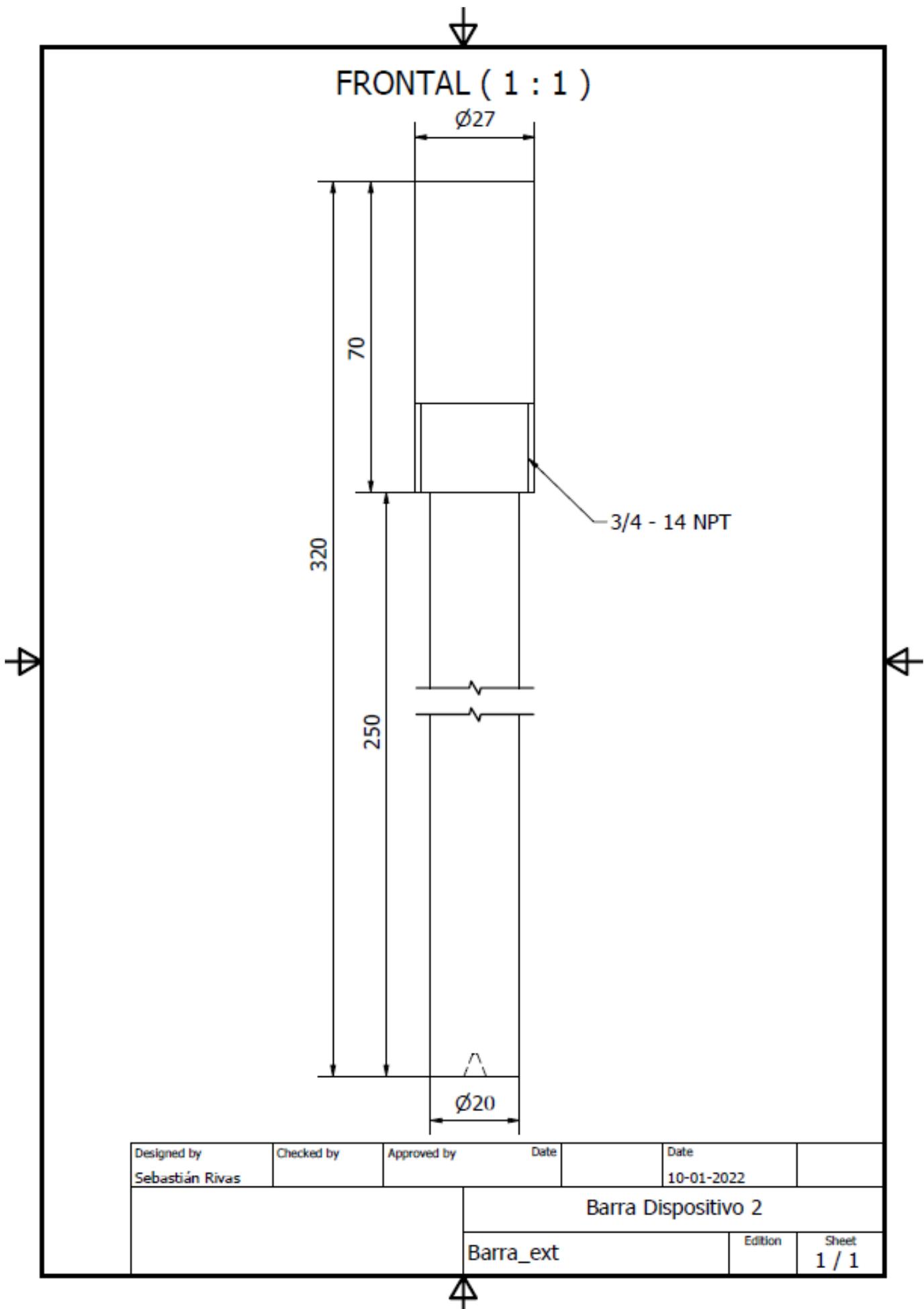
Explosionado (1 : 4)



PARTS LIST

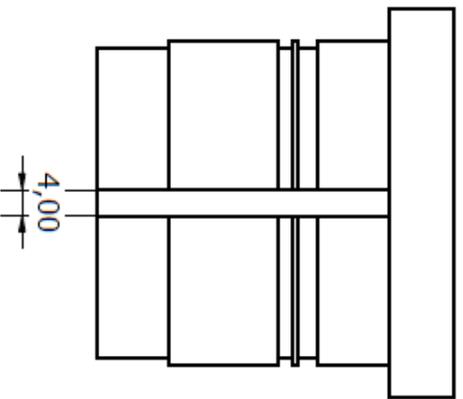
ITEM	QTY	PART NUMBER	DESCRIPTION
1	1	Barra	Barra de cobre
2	1	Tapa	Pieza de Nylon 6
3	1	Superficie	Aluminio
4	1	Calificador	Tipo Boquilla 250W - 220V
5	1	Termo	Stanley 1L

Designed by Sebastian Rivas	Checked by	Approved by	Date/Scale 1:2	Date 18-02-2022	Dispositivo	Edicion 1 / 2	Sheet 1 / 2
--------------------------------	------------	-------------	-------------------	--------------------	-------------	------------------	----------------

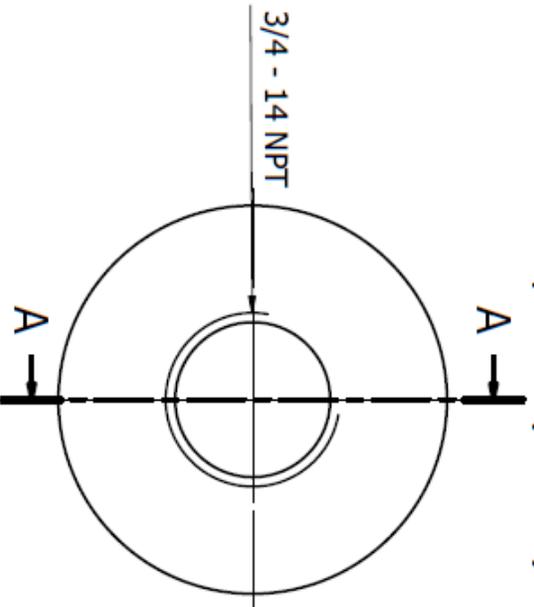


Designed by Sebastián Rivas	Checked by	Approved by	Date	Date 10-01-2022
			Barra Dispositivo 2	
Barra_ext			Edition	Sheet 1 / 1

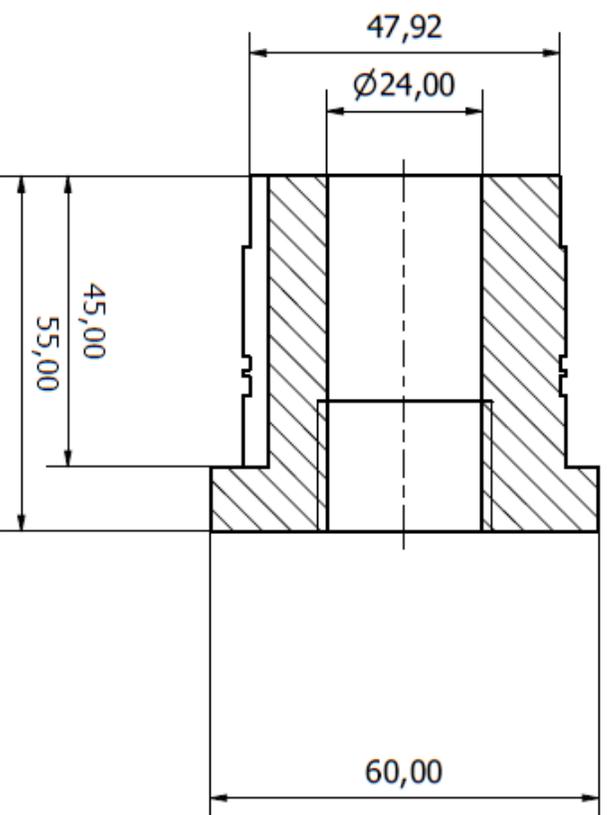
Frontal (1 : 1)



Superior (1 : 1)

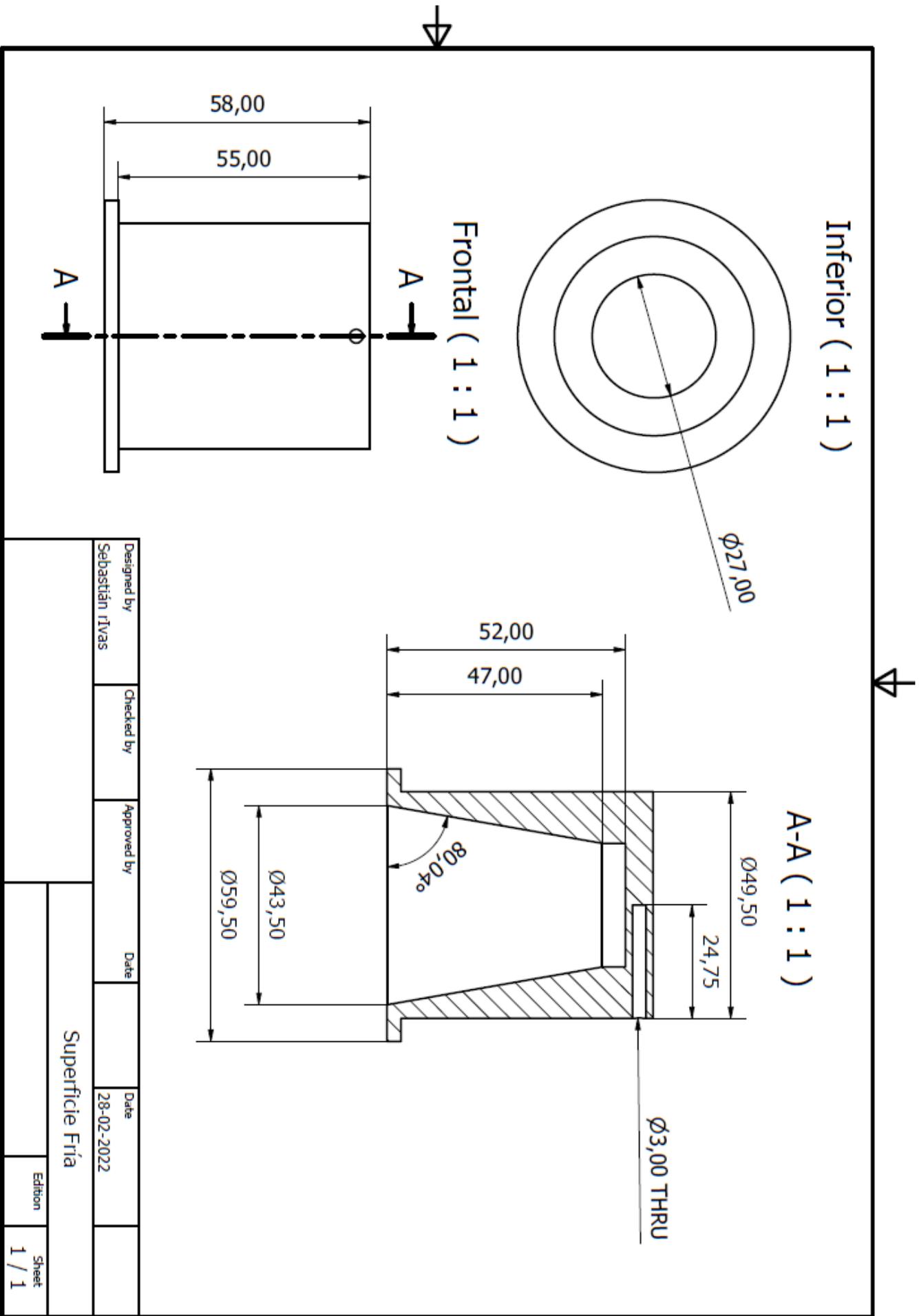


A-A (1 : 1)



El hilo correspondiente a termo no se dibuja, pues de debe realizar en el momento según lo entienda el mecánico.

Designed by Sebastián Rivas	Checked by	Approved by	Date	Date	Tapa Dispositivo 2	
				28-02-2022	Edition	Sheet
					1	1 / 1



Designed by	Checked by	Approved by	Date	Date
Sebastián Iivas				28-02-2022

Superficie Fría	
Edition	Sheet
1 / 1	1 / 1



Frontal (1 : 1)

$\varnothing 27,00$

65,00

44,85

3/4 - 14 NPT

195,00

130,00

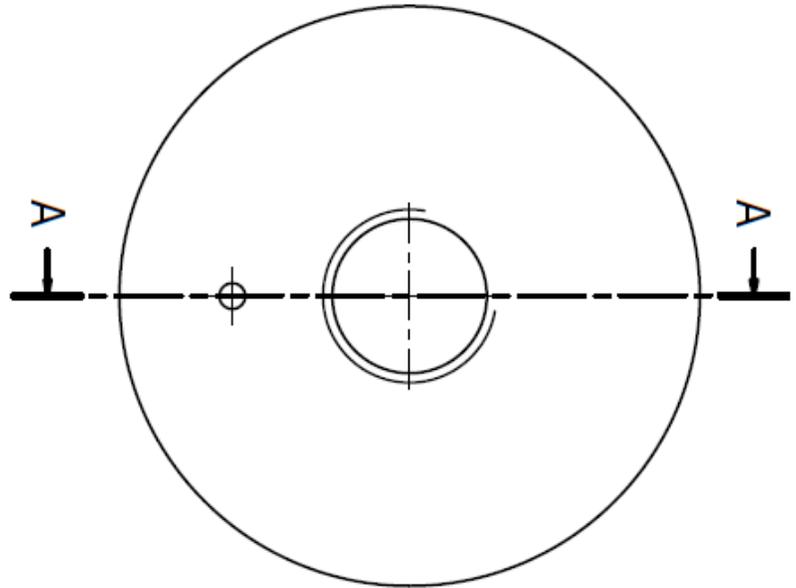
$\varnothing 20,00$



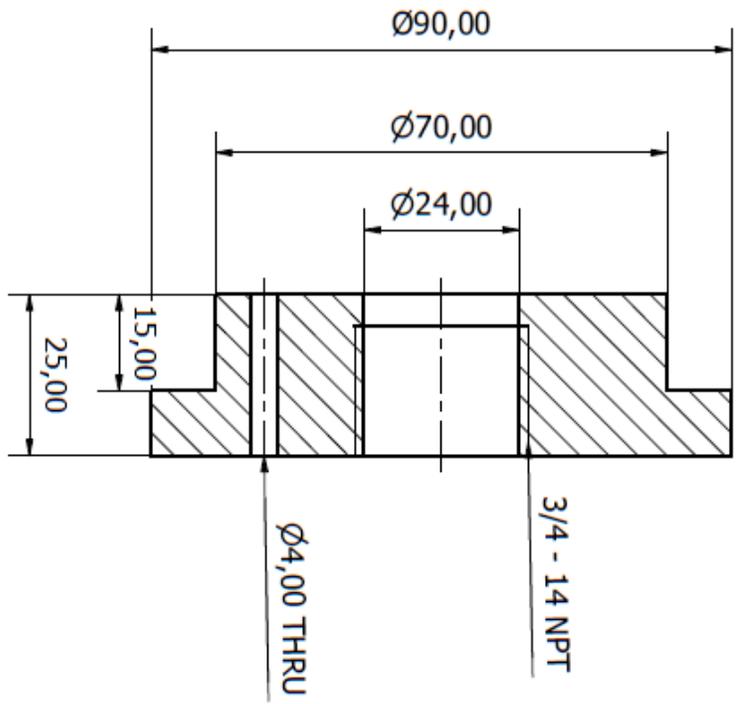
Designed by Sebastián Rivas	Checked by	Approved by	Date	Date 28-02-2022	
			Barra Dispositivo 1		
			Edition	Sheet 1 / 1	



Superior (1 : 1)



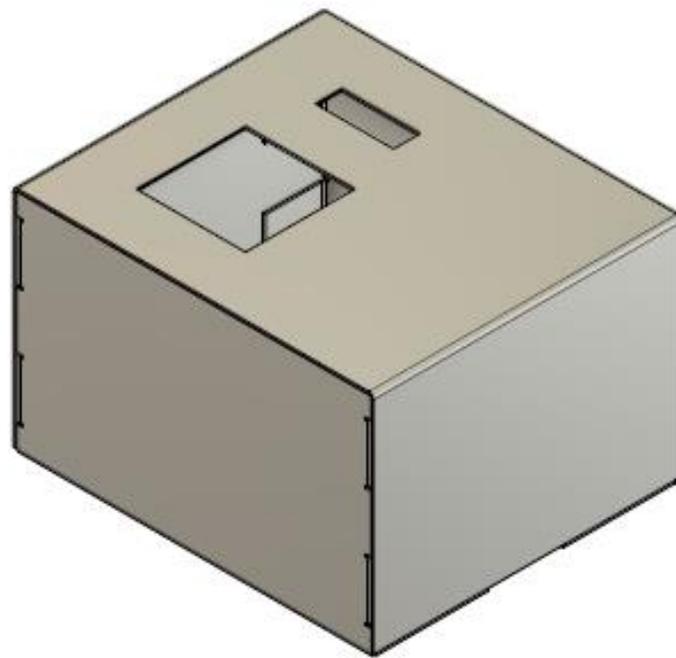
A-A (1 : 1)



Designed by	Checked by	Approved by	Date	Date
sebar				28-02-2022

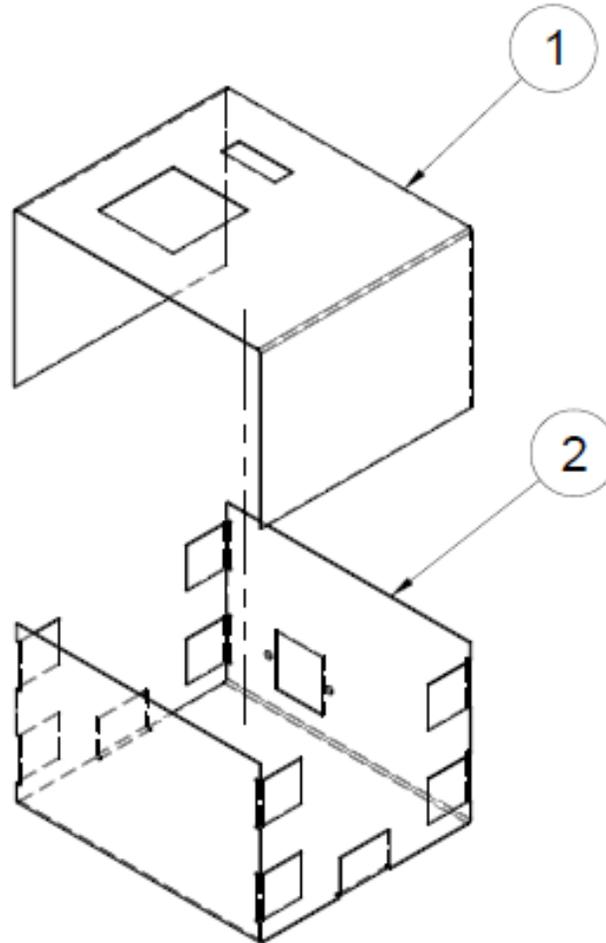
Tapa Dispositivo 1	
Edition	Sheet
	1 / 1

Vista Isométrica (1:2)



Dept.	Technical reference	Created by Sebastián Rivas 17-02-2022	Approved by	
		Document type	Document status	
		Title Case 3	DWG No.	
		Rev.	Date of Issue	Sheet 1/2

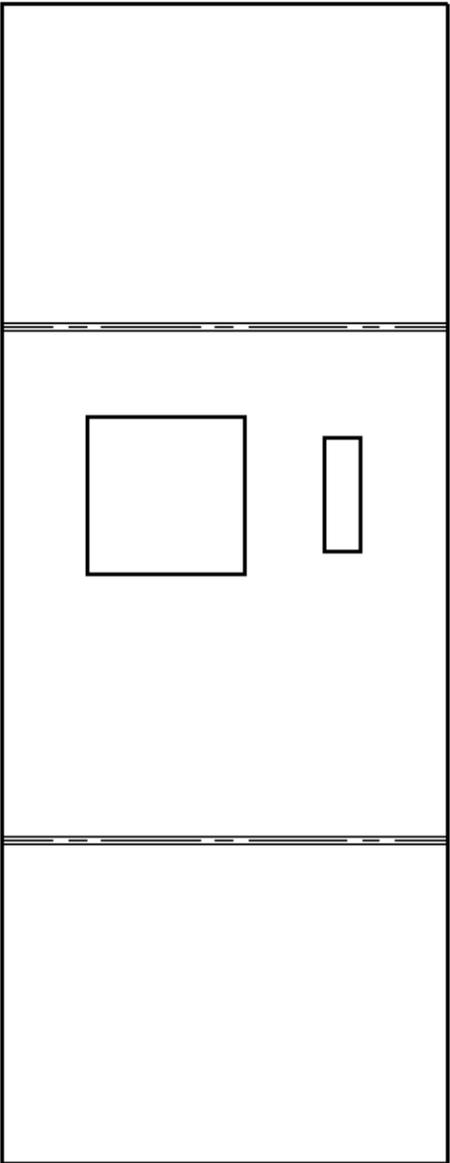
Explosionado (1:3)



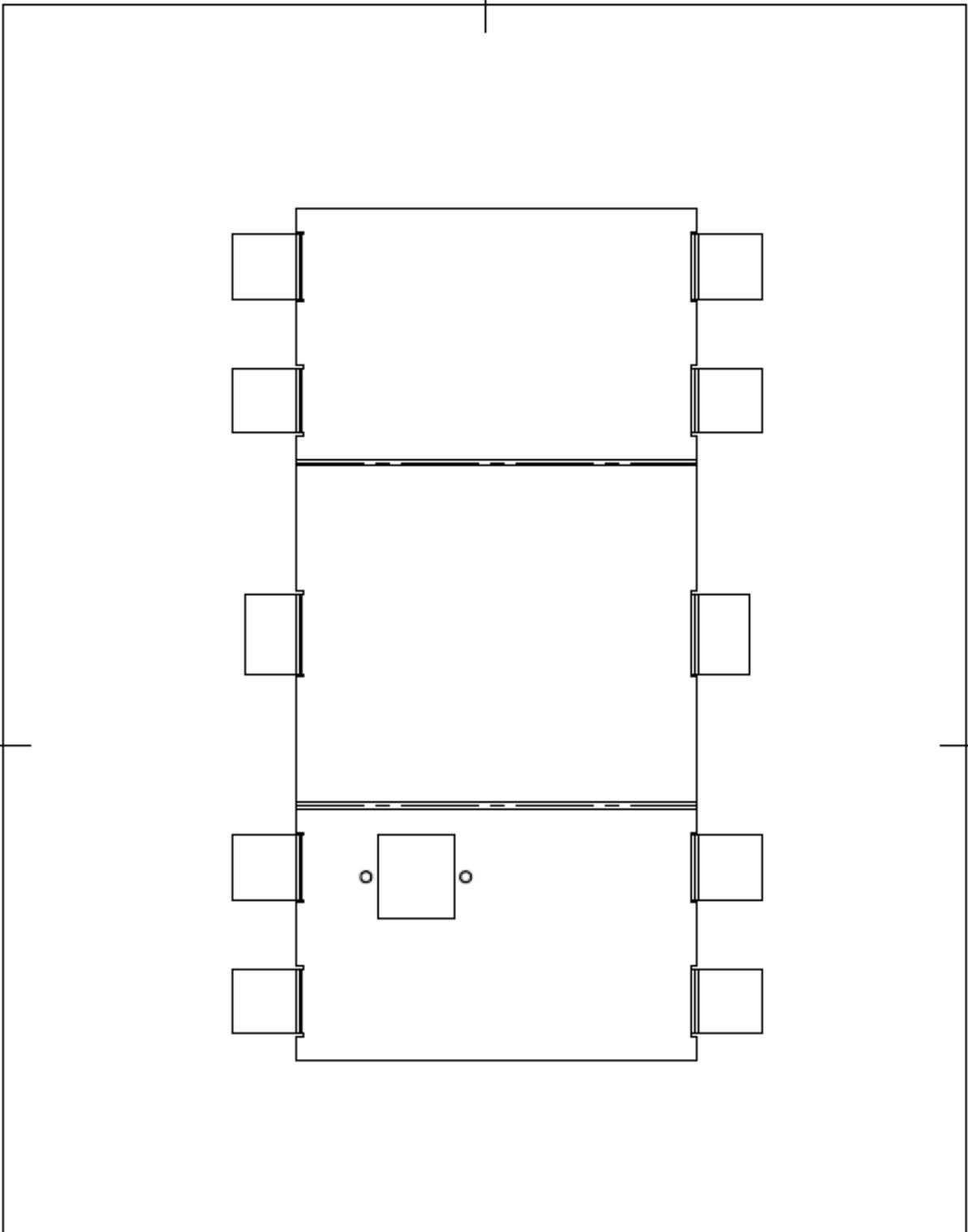
2	1	Inferior		Aluminio
1	1	Superior		Aluminio
elem ento	ctd	número de pieza	descripción	material

Lista de piezas

Dept.	Technical reference	Created by Sebastián Rivas 17-02-2022	Approved by	
		Document type	Document status	
		Title Case 3	DWG No.	
		Rev.	Date of issue	Sheet 2/2



Dept.	Technical reference	Created by Sebastian Rivas 28-02-2022	Approved by
		Document type	Document status
		Title Case 3	DWG No.
		Rev.	Date of issue
			Sheet 1/2



Dept.	Technical reference	Created by Sebastián Rivas 28-02-2022	Approved by	
		Document type	Document status	
		Title Case 3	DWG No.	
		Rev.	Date of Issue	Sheet 1/1