



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO
FACULTAD DE INGENIERÍA

DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN
EQUIPO MULTITAREAS PARA LA
CARACTERIZACIÓN DE CATALIZADORES
HETEROGÉNEOS POR MEDIO DE LA PC.

T E S I S

QUE PAR OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRO EN INGENIERÍA
INGENIERÍA ELÉCTRICA - SISTEMAS ELECTRÓNICOS

P R E S E N T A:

GERARDO DANIEL RAYO LÓPEZ

DIRECTOR DE TESIS:
DR. GUILLERMO MONSIVAIS GALINDO

CIUDAD UNIVERSITARIA, MEXICO, D. F. 2009



JURADO ASIGNADO:

Presidente: M. I. Quintana Thierry Sergio

Secretario: Dra. Díaz Guerrero Gabriela Alicia

Vocal: Dr. Monsivais Galindo Guillermo

1er. Suplente: Dr. Gómez Cortes Luciano Antonio

2do. Suplente: M. I. Damián Zamacona Ricardo

Lugar donde se realizo la tesis:

INSTITUTO DE FÍSICA, UNAM.

MÉXICO D. F.

TUTOR DE TESIS

Dr. Guillermo Monsivais Galindo

FIRMA

DEDICATORIA

A la memoria de mi madre...

GENOVEVA LÓPEZ RAMOS

AGRADECIMIENTOS

A mi Madre por el amor y la confianza que siempre me tuvo, además, por los innumerables y gratos recuerdos.

A mi esposa Aneli por brindarme su amor y su invaluable apoyo.

A mis hermanas por su amor en todo momento.

A la Universidad Nacional Autónoma de México por darme la oportunidad de continuar superándome profesionalmente.

Al Dr. Guillermo Monsivais Galindo por el apoyo y el tiempo tomado en la realización de esta tesis.

A la Dra. Gabriela Díaz por la confianza y el apoyo brindados.

AL Dr. Antonio Gómez por su valiosa asesoría y paciencia.

Al M. I. Sergio Quintana por sus enseñanzas.

Al M. I. Ricardo Damián por sus consejos y sugerencias.

A los compañeros del laboratorio de electrónica del IFUNAM, M. en C. Moisés Cuautle Herrera y M. I. Jorge Cruz Morales, por su apoyo y comentarios en la mejora de este equipo.

Al Sr. Carlos Sánchez, Sr. David Chávez y al Sr. Amado Vega, por el apoyo en la construcción del equipo y partes mecánicas.

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN.....	1
--------------------------	----------

CAPÍTULO 1

CATALISIS.....	3
1.1 Tipo de catálisis.....	4
1.2 Catalizador heterogéneo.....	4
1.3 Principios básicos de las técnicas de caracterización.....	5
1.4 Adsorción física del nitrógeno.....	6
1.5 Adsorción química de un gas por medio de pulsos.....	7
1.6 Método de análisis térmico.....	8
1.7 Comentarios.....	11

CAPITULO 2

SISTEMA.....	12
2.1 Detector de conductividad térmica (TCD).....	13
2.1.1 Fundamentos del TCD.....	13
2.1.2 Tipos de detectores TCD.....	14
2.1.3 Señales del TCD.....	15
2.2 Válvula de control.....	15
2.3 Válvula multiposición.....	16
2.4 Válvula de selección de trayectoria.....	17
2.5 Horno.....	18
2.6 Termopar.....	10
2.7 Trampa fría.....	20
2.8 Comentario.....	20

CAPITULO 3

ADQUISICIÓN DE DATOS.....	21
3.1 software LabVIEW.....	23
3.2 Acondicionamiento de señales.....	25
3.2.1 Puente de wheatstone.....	25
3.2.1 Amplificador de Instrumentación.....	26
3.2.3 Prueba del Amplificador.....	29
3.3 Programa de prueba.....	30
3.3.1 Resultados obtenidos.....	31
4 Comentarios.....	31

CAPÍTULO 4	
DISEÑO DEL EQUIPO MULTITAREAS.....	32
4.2 Control de temperatura.....	32
4.3 Selección.....	35
4.4 Control PID.....	36
4.5 Horno.....	38
4.6 Ajuste del control PID.....	36
4.7 Control PID utilizando LabVIEW.....	41
4.8 Programa.....	46
4.8.1 Programa BET.....	46
4.8.2 Programa PULSOS.....	47
4.8.3 Programa TPD y TPR.....	48
4.8.4 Análisis del programa TPR.....	50
4.9 Etapa de Potencia.....	58
4.10 Comentarios.....	62
CAPITULO 5	
PRUEBAS Y RESULTADOS.....	63
5.1 Pruebas y ajustes del control PID.....	63
5.2 Pruebas del experimento BET.....	68
5.3 Pruebas del experimento PULSOS.....	70
5.4 Prueba del Experimento TPD y TPR.....	75
CONCLUSIONES.....	80
BIBLIOGRAFÍA.....	82
GLOSARIO DE TERMINOS.....	84
APENDICE.....	87

INTRODUCCIÓN

El Grupo de Catálisis del IFUNAM, como parte de sus proyectos de investigación relacionados con las propiedades catalíticas de materiales nanoestructurados, realiza sistemáticamente experimentos de caracterización fisicoquímica de los catalizadores sintetizados por el grupo. Para ello, cuenta entre otros con un equipo comercial de la compañía *In-Situ Research and Instruments, Inc.*, modelo RIG-100. Los experimentos realizados están relacionados con la caracterización de alguna propiedad del catalizador bajo estudio, por ejemplo, el área específica, las propiedades de oxidación y reducción, el tipo de sitios potencialmente activos para la adsorción de moléculas reactivas, y el seguimiento de reacciones catalíticas, los cuales están basados en el análisis térmico.

En la actualidad, las necesidades del Laboratorio de Catálisis, requieren de contar con un segundo equipo, sin embargo, dado el costo del mismo (varias decenas de miles de dólares americanos) y recursos presupuestales escasos, se decidió diseñar en el IFUNAM, un equipo similar al existente utilizando componentes de fácil adquisición y mantenimiento y sobre todo que se pueda ir adaptando a las necesidades del laboratorio. Por las múltiples tareas que deberá desempeñar este equipo se le llamará “Equipo Multitareas para Caracterización de Catalizadores”.

En base a estas necesidades los objetivos fundamentales de este trabajo son los siguientes:

- Diseñar un equipo de caracterización de catalizadores similar a los equipos comerciales, pero que realice operaciones y procedimientos que puedan modificarse a las necesidades del laboratorio, que sea escalable en cuanto a la incorporación de detectores de gases adicionales para aumentar la potencialidad de caracterización de catalizadores.
- Realizar un diseño donde el control por medio de la computadora abarque la totalidad de los parámetros involucrados en cada experimento.
- El sistema debe ser didáctico basado en gráficos que de forma visual resulte más ilustrativo para los usuarios.
- Permitir la realización de adecuaciones posteriores de acuerdo a las necesidades del laboratorio de catálisis del IFUNAM.

El equipo a desarrollar emplea métodos de análisis térmico tales como el método de temperatura programada TPR y TPD, además se emplean métodos de medición de área del catalizador BET (Brunauer - Emmett - Teller), así como la preparación de muestras y análisis de datos en donde el resultado es un termograma.

Este trabajo está dividido en cinco capítulos, los cuales se desarrollaron de la siguiente manera: en el primer capítulo daremos algunos conceptos y analizaremos los experimentos a desarrollar por el equipo, en el capítulo 2

describiremos el sistema completo y cada uno de los dispositivos que lo conforman. En el capítulo 3, se verá la forma de comunicación con la computadora personal (PC) y acondicionamiento de las señales. En el capítulo 4 se analizará el programa de control y la etapa de potencia que ejecuta este control y por último en el capítulo 5, veremos las pruebas y resultados obtenidos.

Los alcances esperados con el desarrollo de este equipo son principalmente dar al Laboratorio de Catálisis del IFUNAM el apoyo requerido en la actualización de su equipo instrumental, para la realización de sus proyectos de investigación y con ello, además, dar un paso en la creación de infraestructura en el IFUNAM necesaria para la investigación científica

Capítulo 1

CATALISIS

Para definir la catálisis nos basamos en la definición dada por el primer analista, Jóns Jacob Berzelius en el siglo XIX “Los catalizadores son materiales que modifican la rapidez con la que una reacción química se acerca al equilibrio, sin modificarse o consumirse en el proceso”.

En particular, cuando una reacción de forma natural, se lleva a cabo muy lentamente, ésta puede ser acelerada por el uso adecuado de algún catalizador. La catálisis agrupa al conjunto de conocimientos destinados a la comprensión del *modus operandi* de los catalizadores y requiere de la aplicación de varias disciplinas entre las que destacan la cinética-química, la física de superficies, la físico-química, la ingeniería química, la química orgánica, la física del estado sólido, la ciencia de materiales, etc.

La catálisis es clave, tanto para la vida (catálisis enzimática) como para la obtención de satisfactores cotidianos. Es esencial para la manufactura de materiales y productos químicos, en sistemas de conversión de energía como las celdas de combustible y en sistemas de control de la contaminación ambiental, como los convertidores catalíticos para la purificación de los gases de escape en los automóviles, entre otros. Es ampliamente conocida su aplicación en procesos de industrialización del petróleo, como la desintegración catalítica que aumenta el rendimiento del petróleo en productos ligeros, etc. La catálisis es una ciencia de importantes aplicaciones en el mundo actual.

La caracterización fisicoquímica de materiales catalíticos es necesaria para correlacionar las diversas etapas del proceso catalítico con la estructura del sólido y de esta manera proponer mejores catalizadores. En la actualidad existen una gran cantidad de técnicas que se pueden emplear en la caracterización de catalizadores, mismas que proporcionan información diferente y complementaria.

Algunas de estas técnicas para el estudio de los catalizadores se basan en el análisis térmico (TA). En el análisis térmico se emplean un conjunto de técnicas instrumentales que permiten la detección y medición de los cambios en las propiedades físicas o químicas, de un material, en función de la temperatura.

1.1 TIPOS DE CATÁLISIS

De acuerdo a las condiciones en las que se llevan a cabo las reacciones es posible separar el fenómeno catalítico en tres dominios.

a) *Catálisis homogénea*: tiene lugar cuando los reactivos y el catalizador se encuentran en la misma fase, sea líquida o gaseosa. En este tipo de catálisis las velocidades de reacción son generalmente elevadas [1].

b) *Catálisis heterogénea*: el catalizador y las sustancias a transformar se encuentran en diferente fase. Tenemos así una fase sólida (catalizador) y una fase fluida (gas o líquido) que contiene las sustancias a reaccionar. En catálisis heterogénea el fenómeno catalítico está relacionado con las propiedades químicas de la superficie del sólido que se ha elegido como catalizador, siendo por supuesto estas propiedades superficiales un reflejo de las características químicas del sólido.

c) *Catálisis enzimática*: recibe su nombre del catalizador, que es una enzima. Dada la naturaleza particular del catalizador, la catálisis enzimática no pertenece clara y definitivamente al dominio de la catálisis homogénea. Está caracterizada por selectividades muy elevadas y bajas temperaturas. Se puede afirmar que sin la catálisis enzimática no sería posible la vida. Por ejemplo, el proceso de asimilación del CO₂ por la clorofila de las plantas es un proceso fotoquímico y catalítico. La transformación por las células, de albúminas, grasas carbohidratos así como la síntesis de otras moléculas son reacciones catalíticas. La formación de las cadenas de RNA, que es la base del código genético depende de la presencia de ciertas enzimas.

1.2 CATALIZADORES HETEROGÉNEOS.

Para que el fenómeno catalítico ocurra, es necesaria una interacción química entre el catalizador y el sistema reactivo-producto. Esta interacción no debe modificar la naturaleza química del catalizador a excepción de su superficie.

Esto significa que la interacción entre el catalizador y el sistema reaccionante tiene lugar en la superficie del catalizador y no involucra el interior del sólido. Este requerimiento nos lleva al concepto de adsorción. Todos los sólidos tienen la propiedad de fijar (adsorber) en su superficie moléculas, átomos, o iones que se encuentren a su alrededor. La adsorción de moléculas de una fase fluida (gas o líquido) en la superficie de un sólido está estrechamente ligada a la catálisis heterogénea. Los pasos fundamentales en un proceso catalítico heterogéneo que involucran al catalizador son tres: i) adsorción química de los reactivos en la superficie del catalizador, ii) reacción de las especies adsorbidas en superficie y iii) desorción de productos. Como la reacción química tiene lugar en la superficie del catalizador, al menos uno de los reactivos debe adsorberse en ella.

1.3 PRINCIPIOS BÁSICOS DE LAS TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

Las diferentes técnicas para el estudio de catalizadores utilizan elementos en común, estos elementos se muestran en la figura 1.1, la cual representa en forma de bloques cada etapa del sistema.

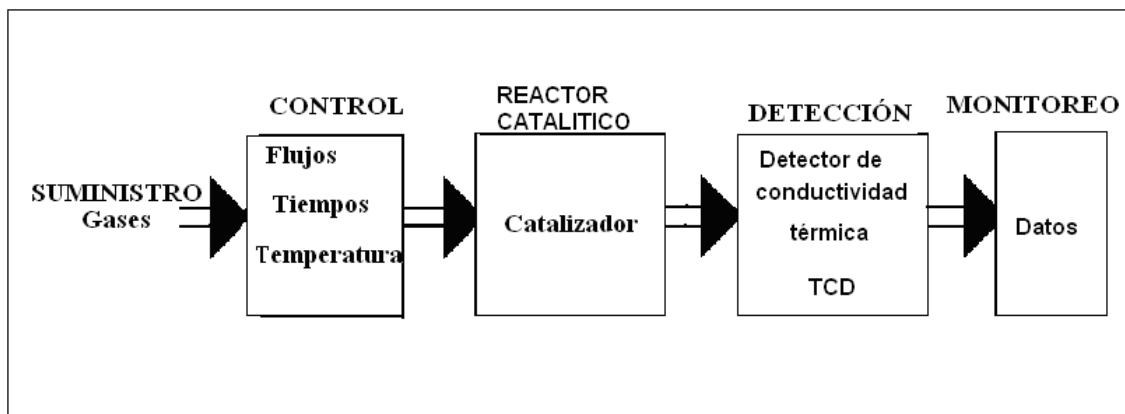


Figura 1.1. Diagrama en forma de bloques del Equipo Multitareas.

La descripción de estas etapas en las que se divide el equipo multitareas son:

1. **SUMINISTRO.** Está relacionado con el suministro de los gases o mezcla de gases que se emplean en los experimentos.
2. **CONTROL.** Se refiere a la parte electrónica donde se controlan los flujos, temperaturas y tiempos de procesos.
3. **REACTOR CATALITICO.** El bloque contempla al sólido (catalizador) que será expuesto a los gases y los procesos que tienen lugar cuando los gases suministrados interactúan con la superficie del catalizador.
4. **DETECCIÓN.** Este bloque incluye un detector de conductividad térmica (TCD por sus siglas en inglés), el cual transforma la diferencia de conductividad térmica de los gases en una señal eléctrica.
5. **MONITOREO.** Este bloque involucra la detección y registro de la señal del TCD, temperatura de la muestra y el análisis de datos obteniéndose el termograma.

1.4 ADSORCIÓN FÍSICA DE NITRÓGENO

La adsorción física de N_2 a temperatura de nitrógeno líquido (77 K) es la técnica más frecuentemente utilizada para la determinación de propiedades

texturales en una amplia variedad de sólidos. El procedimiento de cálculo más empleado para la determinación del área específica se fundamenta en el modelo BET (Brunauer-Emmett-Teller). Este modelo se basa en la adsorción física de una molécula de sección transversal conocida (por ejemplo el N_2 que tiene una sección transversal de 16.2 \AA^2 /molécula) sobre la superficie de un material hasta la formación de una monocapa, con lo que, tomando a la molécula de adsorbato como instrumento de medición, se puede conocer la extensión del área cubierta. La información obtenida por esta técnica se relaciona con la capacidad de adsorción del material (área específica en m^2/g).

En la figura 1.2, se muestra el esquema del montaje experimental requerido, en donde se ven los elementos de la figura 1.1, tales como el suministro de gas, las válvulas controladoras del flujo, el porta muestra donde ocurre la interacción del gas con el material, el detector (TCD por sus siglas en ingles) y la salida para recolección de datos. Un experimento típico es el siguiente: al catalizador se le da un tratamiento de desgasificación a cierta temperatura ($T \text{ } ^\circ C$) en flujo de N_2 durante un tiempo t (h). Después, la muestra es enfriada a temperatura ambiente y los flujos en las ramas base y rama muestra del detector de conductividad térmica (TCD) se ajustan a cero. Una vez estable la línea base, el porta muestra es sumergido en un recipiente que contiene nitrógeno líquido.

En este momento la señal del detector toma valores negativos (de acuerdo a la polaridad elegida) indicando la adsorción de nitrógeno. Una vez que la línea base regresa a su posición original, se retira el recipiente que contiene el N_2 líquido. La señal del detector toma valores positivos indicando la desorción del nitrógeno adsorbido hasta que la línea base regresa a su posición original al terminar el proceso (Figura 1.3)

El área bajo la curva permite calcular el área específica del material utilizando una calibración previa de pulsos de nitrógeno puro.

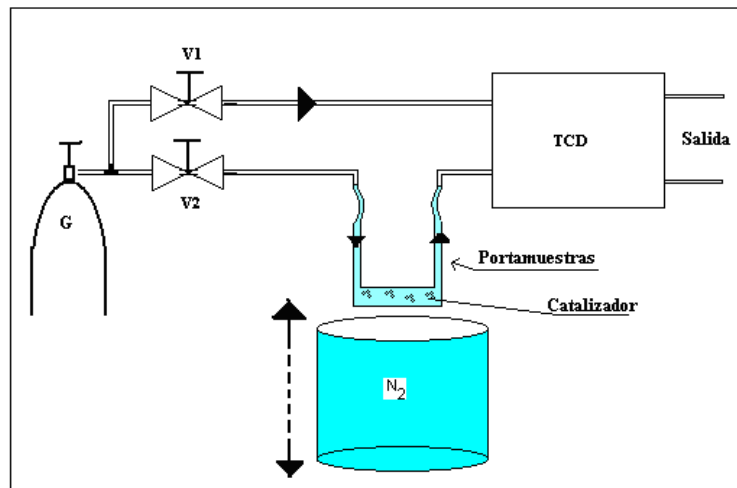


Figura 1.2. Montaje experimental para la determinación de área BET.

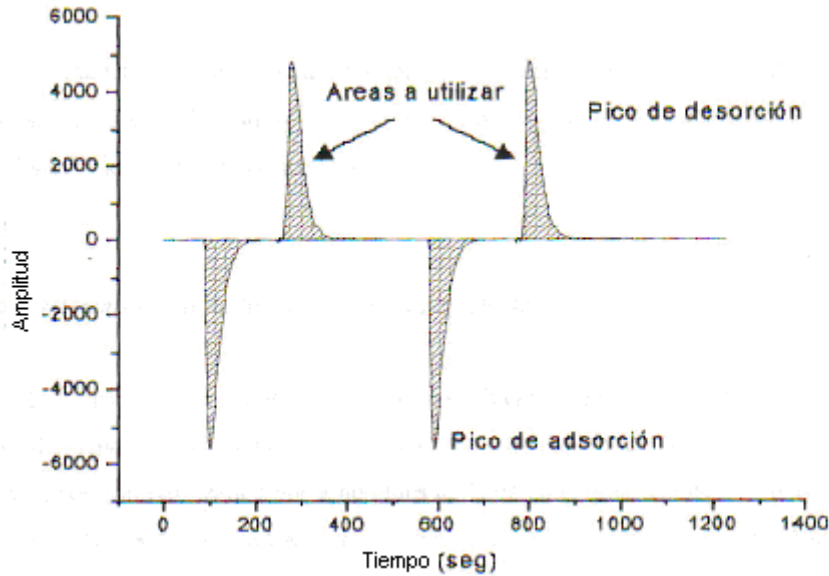


Figura 1.3. Gráfico típico de adsorción – desorción.

1.5 ADSORCIÓN QUÍMICA DE UN GAS POR EL MÉTODO DE PULSOS.

La actividad catalítica en catalizadores heterogéneos depende esencialmente de las propiedades de superficie de la fase activa. En los catalizadores industriales, por razones económicas se intenta disminuir en la medida de lo posible la cantidad del componente activo (gas), sin que por ello se afecte la actividad global del catalizador. Es decir, se pretende incrementar la relación superficie/volumen de la fase activa. A esta relación se le conoce como dispersión. La dispersión "D" de un catalizador puede ser definida por la siguiente expresión:

$$D = \frac{N_S}{N_T} \quad (1.1)$$

Donde:

N_S es el número de átomos de fase activa expuestos en la superficie.

N_T es el número total de átomos de fase activa presentes en el catalizador.

Para conocer N_S se utiliza la adsorción química de gases en la superficie del catalizador.

Experimentalmente una forma de hacerlo es enviando pulsos de volumen conocido de un gas (usualmente H_2) que químicamente se adsorba en la superficie del catalizador. Paulatinamente, con cada pulso enviado la superficie activa del catalizador ésta se recubrirá con el adsorbato (hidrógeno) hasta la saturación. De esta manera, conociendo el volumen del pulso y el número de pulsos consumidos, incluyendo las fracciones de pulso, se puede calcular el total del gas químicamente adsorbido por el catalizador, y a partir de la estequiometría de la quimisorción, el número de átomos de fase activa expuestos.

En la figura 1.4, se puede observar un diagrama en bloques del sistema para llevar a cabo el experimento y en la Figura 1.5, el tipo de señal de salida obtenida.

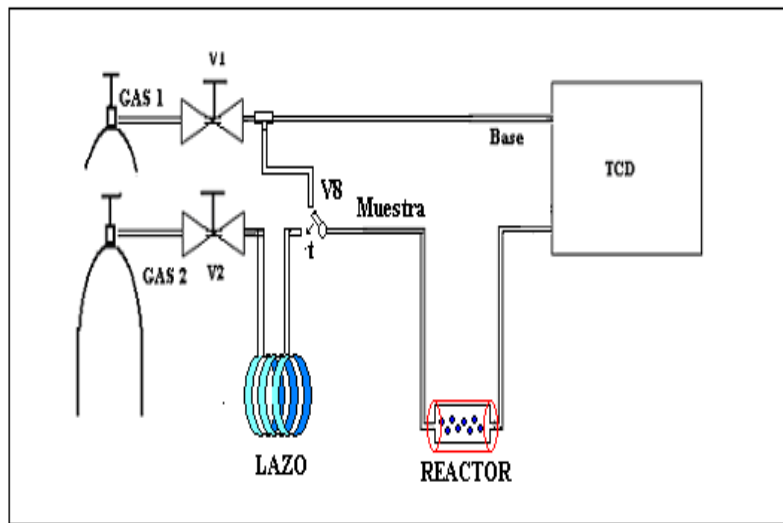


Figura 1.4. Montaje experimental para la adsorción de gases por el método de pulsos.

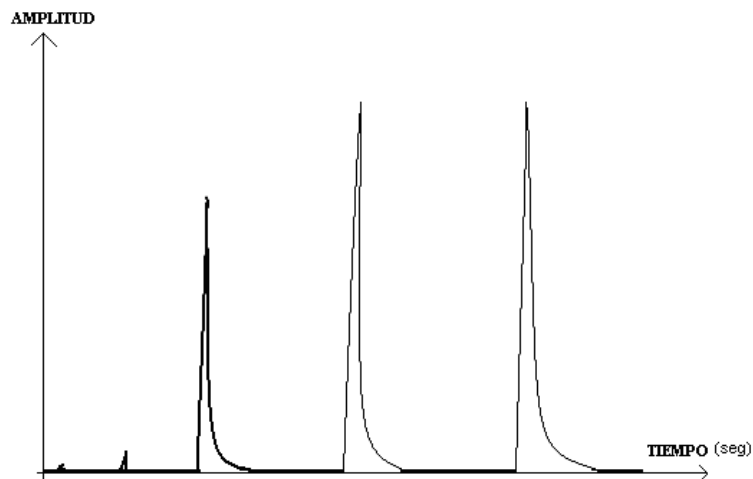
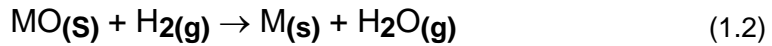


Figura 1.5. Señal obtenida en el método de pulsos.

1.6 MÉTODOS DE ANÁLISIS TÉRMICO

En el campo de la catálisis heterogénea, el análisis térmico es a menudo usado como una herramienta para investigar cambios de superficie y reacción de la muestra con un gas. Como parte de las técnicas que involucran el seguimiento de una propiedad del material con respecto a la temperatura que se incrementa con un programa lineal, tenemos la reducción (TPR, por sus siglas en inglés), la oxidación (TPO, por sus siglas en inglés) y la desorción (TPD, de sus siglas en inglés) a temperatura programada.

En términos generales en la técnica de TPR un catalizador en forma óxido (aunque no exclusivamente) es sometido a un incremento programado de temperatura en presencia de una mezcla gaseosa conteniendo a un gas reductor (usualmente se utiliza hidrógeno diluido en un gas inerte). La velocidad de reducción es medida de manera continua a través del monitoreo de la composición de la mezcla reductora a la salida del reactor. Como medio de detección se utiliza un detector de conductividad térmica (TCD). La reacción que tiene lugar entre un óxido e hidrógeno para obtener el metal reducido y vapor de agua está representada por la ecuación siguiente:



Cuantitativamente, el valor experimental de la razón MO/H₂ que se obtiene midiendo el área bajo la curva en el termograma, proporciona información acerca de la extensión del proceso de reducción y de manera cualitativa, el perfil de reducción se asocia a la reducción de las diferentes especies presentes en el sólido.

En la figura 1.6, se muestra el esquema básico para realizar este experimento, que incluye los cilindros de gas, las válvulas de control V1 y V2 que controlan, respectivamente, el flujo de gas de referencia y el flujo de gas que interaccionará con la muestra, un horno controlado con un programa de temperatura, el detector (TCD) y finalmente la salida de la señal.

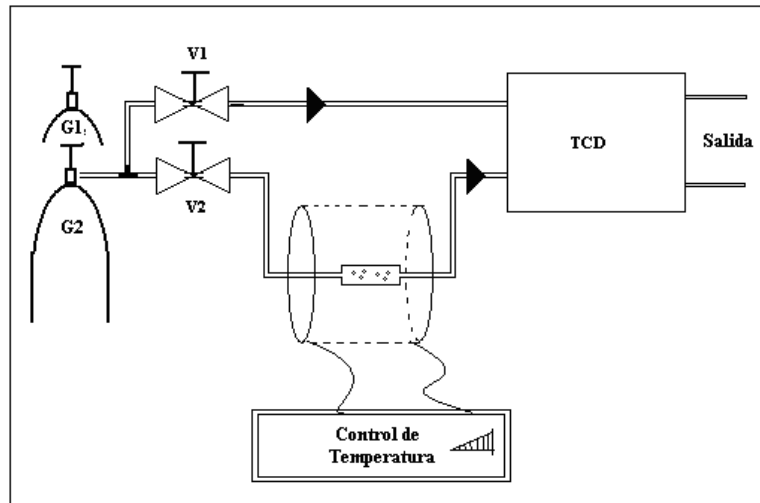


Figura 1.6. Montaje experimental para el Método TPR y TPO.

Para un experimento de TPO el esquema es el mismo con la única diferencia de que el gas utilizado es un oxidante como por ejemplo oxígeno ó aire y la reacción que tiene lugar es de oxidación como a continuación se esquematiza. La información obtenida es similar al caso de la reducción termoprogramada.



La técnica de desorción a temperatura programada (TPD, de sus siglas en inglés) proporciona información acerca de la fuerza de adsorción con la que un adsorbato determinado, se adsorbe en la superficie de un sólido. En este caso el sólido es puesto en contacto con una corriente de gas que incluye a la molécula sonda. Posteriormente la muestra se pone en contacto con un gas inerte y se inicia el calentamiento con un programa determinado. La composición del gas es monitoreada continuamente utilizando un TCD. La temperatura necesaria para que el gas sea desorbido de la superficie de un sólido sometido a calentamiento, refleja la fuerza del enlace establecido con la superficie, a mayor temperatura de desorción, mayor fuerza de enlace.

El arreglo de la configuración de un experimento TPR es idéntica a la configuración para un TPD, solo cambian los protocolos y tipo de gases empleados.

En la figura 1.7, se observa la señal obtenida en este tipo de experimentos, en dicha gráfica observamos el comportamiento de la señal en función de la temperatura. La señal toma valores de milivolts la cual llamamos amplitud y como observamos hay intervalos de temperatura donde se ve la reacción del catalizador.

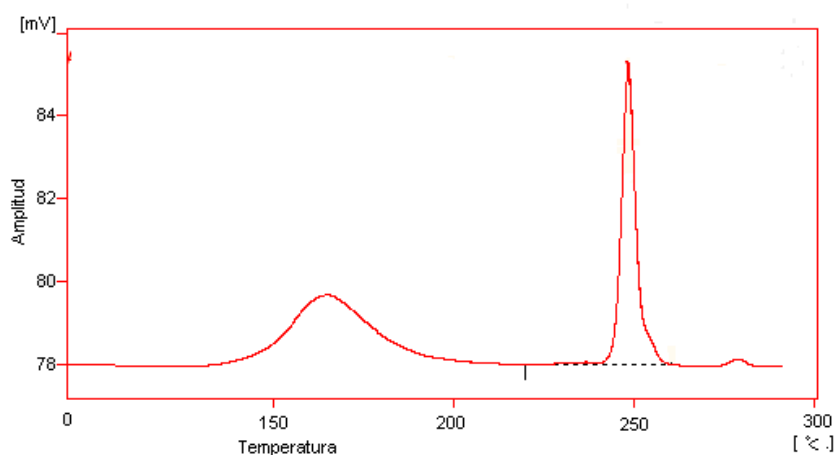


Figura 1.7. Termo-grama obtenido utilizando un programa lineal de temperatura

1.7 COMENTARIOS

En este capítulo se planteo el problema a resolver, se definieron los objetivos de este trabajo y se describió cada una de las tareas a realizar por este equipo.

En el Capítulo 2, se describe el sistema completo y en base a él se describen cada uno de los dispositivos que lo conforman.

Capítulo 2

SISTEMA

Basados en los objetivos de este trabajo, es necesario el conocimiento de los dispositivos que conforman el sistema y sus características para poder controlarlos.

Considerando al equipo multitareas como un sistema a controlar donde se pueda realizar cualquier experimento descrito en el Capítulo 1, es necesario considerar que este sistema requiere tener una configuración de flujo dinámica, por lo tanto es necesario contar con mecanismos de selección de trayectoria.

Los mecanismos de selección de trayectoria son válvulas que cuentan con diferentes entradas y salidas las cuales cambian según la posición del selector. Para ilustrar este sistema y entenderlo mejor nos basamos en la figura 2.1 [1]. Como la figura lo muestra, mediante la válvula **V** seleccionamos el gas que se usará en el experimento, las válvulas **V1** y **V2** controlan el flujo del gas referencia y el gas muestra respectivamente.

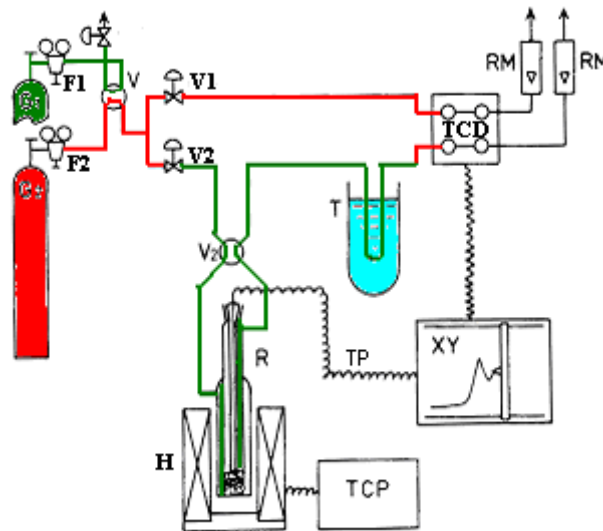


Figura 2.1. Sistema completo, **F1** y **F2** válvulas on-off, **V1** y **V2** válvulas de control de flujo, **V** válvula multi-vías, **Vz** válvulas de tres vías, **R** reactor, **H** Horno, **TCP** control de temperatura, **TP** termopar, **XY** toma de datos y grafica, **T** trampa fría y **TCD** detector de conductividad térmica.

La válvula **Vz**, selecciona si el gas muestra pasa por el reactor (**R**) o por la trampa Fría (**T**), para posteriormente llegar al TCD.

TCP, es un controlador de temperatura programable el cual controla la temperatura por medio de rampas de crecimiento. **TP**, es un termopar con el cual se mide la temperatura en el horno. En **XY** se monitorea la señal de temperatura y del TCD.

En este capítulo analizaremos cada uno de estos dispositivos conforme a su importancia dentro del sistema.

El dispositivo más importante del sistema es el Detector de Conductividad Térmica (TCD). La señal producida por este dispositivo será correlacionada con las propiedades de los catalizadores caracterizadas a partir de las técnicas descritas en el capítulo 1.

2.1 DETECTOR DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA (TCD)

El TCD es un detector de los más empleados para detección de gas ya que posee diferentes virtudes, tales como, es de simple construcción, versátil en su aplicación, sensible, con una relación lineal en un gran intervalo, no destructible por la muestra y también es de los más económicos en su construcción. Por todas estas características es generalmente el más empleado.

2.1.1 Funcionamiento del detector TCD

El TCD consiste de un módulo (usualmente metálico) que contiene una cavidad por la cual fluye el gas analizado. Un elemento térmico (alambre térmico o termistor) es posicionado en la cavidad de tal forma que al fluir un gas por él, pierde o gana calor dependiendo de la conductividad térmica del gas. Por consideraciones prácticas se usa normalmente un método diferencial al emplear 2 cavidades y dos elementos calefactores. Para el proceso de análisis, el gas muestra se hace fluir por una cavidad y por la segunda cavidad fluye otro gas como referencia.

Los elementos térmicos en la cavidad donde fluye el gas son los transductores que nos dan la señal deseada. Estas variaciones de la temperatura se transforman en amplitud de voltaje de corriente directa diferencial, gracias al puente de Wheatstone. [3,6].

Los transductores más empleados para los detectores de conductividad térmica son los resistivos de alambre (filamento) y el termistor (compuesto de óxido metálico). Su operación es similar solo que, el filamento tiene una resistencia con coeficiente térmico positivo (PTC) (la resistencia se incrementa cuando la temperatura se incrementa), en cambio el termistor puede tener un coeficiente térmico positivo o negativo (NTC) (la resistencia disminuye cuando aumenta la temperatura).

La selección entre el filamento y el termistor se basa en consideraciones de la temperatura: el termistor estará bien empleado a temperaturas ambientales o menores y el filamento lo será para temperaturas elevadas, una consideración más a favor del uso del filamento, es su resistencia a la corrosión y oxidación [6].

La figura 2.2, muestra de manera simbólica la estructura de un detector de conductividad térmica; en R1 se encuentra la entrada del gas base o referencia y en S1 se encuentra la entrada del gas muestra, la salida de los gases es en R2 y S2 respectivamente.

La señal de salida del puente de Wheatstone es una señal de voltaje diferencial, cuando el gas es el mismo en las dos cavidades la salida es cero, para hacer un ajuste del valor del voltaje de salida se emplean los potenciómetros P2 y P3, para ajustar la corriente se emplea P1, una vez balanceado el puente se hace pasar el gas muestra y se obtendrá la señal de amplitud de voltaje de corriente directa la cual nos ayudará a hacer el análisis [1].

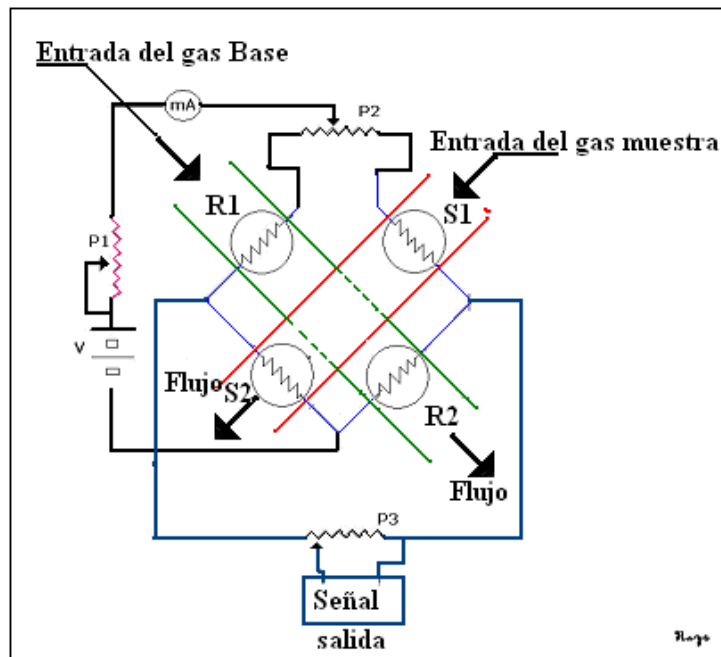


Figura 2.2, Detector de Conductividad Térmica.

2.1.2 Tipos de Detectores TCD

Los filamentos pueden ser fabricados de varios materiales, el mas común es el tungsteno otros materiales son el níquel, platino, etc. Normalmente el alambre de filamento tiene un espesor de 0.001 pulgadas [1]. Los termistores son de oxido metálico.

2.1.3 Señales del TCD [1]

Cualquier cambio en el gas muestra que fluye por el TCD será detectado por los termistores los cuales modificaran su valor resistivo y el puente entra en desbalance produciéndose un valor de voltaje a la salida del puente

La señal que obtenemos del TCD, está entonces relacionada con la sensibilidad del puente de Wheatstone y a la conductividad térmica del gas, lo

cual se presenta en la ecuación del detector de conductividad térmica que se muestra a continuación. [1]

$$K_s = \frac{\alpha I^3 R_0 (1 + T_c)}{2(4a\lambda_m - \alpha I^2 R_0)} \ln \frac{\lambda_2}{\lambda_1} \quad (2.1)$$

Donde λ_1 y λ_2 son las conductividades térmicas del gas 1 y del gas 2, respectivamente, λ_m es la conductividad térmica de la mezcla de gas a una misma temperatura, α es el coeficiente térmico de la resistencia, R_0 es la resistencia del filamento, I es la corriente en el puente de Wheatstone y T_c es la temperatura a la que se calienta la muestra y a es una constante. Como observamos en esta ecuación, la sensibilidad puede aumentar si por ejemplo:

- El TCD se hace con filamentos con un muy alto α
- Ampliando la corriente en el puente
- Conseguir la menor conductividad térmica de la mezcla λ_m
- Una relación grande de las λ .

2.2 VÁLVULA DE CONTROL (V1, V2)

Las válvulas de control son de la empresa Tylan modelo FC 260. Las válvulas pueden controlar el flujo de 0% a un 100% con señales de voltaje correspondientes de 0 a 5 V, esta válvula puede controlar hasta 200 litros por minuto, puede operar con material reactivo y corrosivo, además de ser totalmente lineal en su control. Esta válvula nos da una señal de salida correspondiente al flujo controlado y este valor es también de 0 a 5 V. En la figura 2.3 se muestra esta válvula [21].



Figura 2.3. Válvula de control de flujo

Este tipo de válvulas manejan varias señales las cuales se muestran en la figura 2.4, donde se observa su posición en su conector ya integrado.

Tierra casco	1	A	CONTROL 0 - 5 VDC
COMUN	2	B	COMUN
Salida 0 - 5 VDC	3	C	COMUN
15 VDC	4	D	VALVE TEST PT.
ZENER TEST PT.	6	F	-15 VDC

Figura 2.4. Conexiones de la válvula FC- 260

La válvula FC 260 se alimenta de ± 15 VDC, además tiene otras señales para conectarse como maestro o esclavo a otra válvula, una información más detallada de esta válvula se puede consultar en el apéndice.

2.3 VÁLVULA MULTIPOSICIÓN (V)

Otra válvula empleada es la válvula VALCO de 10 vías. Esta válvula nos da el cambio de la dirección del flujo, y gracias a esta válvula podemos configurar de forma automática el sistema según requiera el experimento a realizar [21].

Las válvulas multiposición son accionadas por dos actuadores los cuales funcionan de forma eléctrica con 6 VDC y 100 mA. Los actuadores y las Válvula de 8 vías se muestran en la figura 2.5.



Figura 2.5. Válvula multi - Vías y actuadores

2.4 VÁLVULAS DE SELECCIÓN DE TRAYECTORIA (Vz)

La configuración original contempla válvulas de tres vías, las cuales en estos momentos no se cuenta con ellas por lo que se utilizan válvulas manuales como se muestran a continuación.

La figura 2.6, muestra una válvula de cinco vías manual la cual cuenta con una entrada y cuatro salidas, lo cual nos permite seleccionar cuatro caminos diferentes por donde desviar el gas.

Válvula de 5 vías

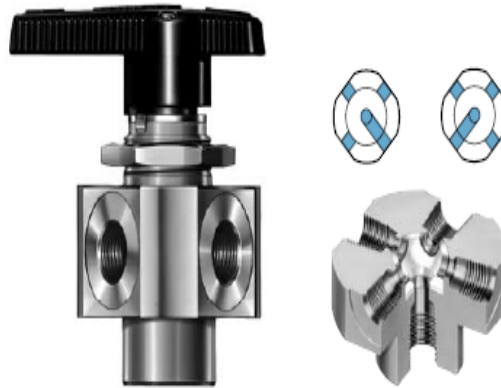


Figura 2.6. Válvula de cinco vías.

Algunas características importantes de estas válvulas son:

- El caudal se puede conmutar desde una entrada a varias salidas (nuestro caso) y desde varias entradas a una salida común.
- Cuentan con un enclavamiento comprimido por muelle para un exacto posicionamiento del mando.
- El material con que son construidas es de acero inoxidable.

También se empleó una válvula de cuatro vías para el cambio de trayectoria, esta válvula se muestra en la figura 2.7 y tiene las mismas características que la válvula de cinco vías.

Válvula de 4 vías



Figura 2.7. Válvula de cuatro vías.

2.5 HORNO (H)

El horno es utilizado para calentar la muestra (catalizador) a temperatura programada en los diferentes experimentos que se realizan en el equipo multitareas, su control requiere tener una pendiente controlada de crecimiento de la temperatura en función del tiempo $\left(\frac{^{\circ}\text{C}}{\text{Minutos}}\right)$. Ver la figura 2.8.



Figura 2.8. Horno

El horno empleado es cilíndrico y cuenta con una cavidad central donde se introduce el porta-muestras (reactor), este reactor contiene al catalizador sólido y a través de él fluye el gas muestra, la figura 2.9 ilustra su aplicación.

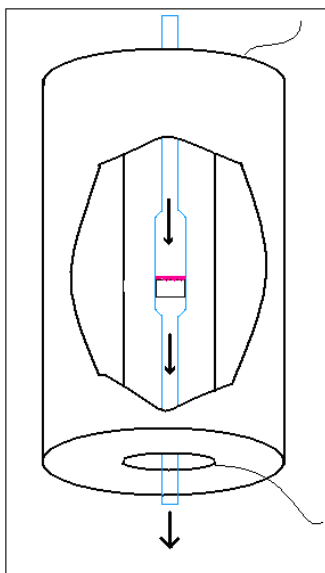


Figura 2.9. Horno para calentar catalizador.

Este horno alcanza una temperatura de $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ y para controlarlo necesitamos caracterizar su comportamiento, la resistencia es de cantal, con una longitud de 2.5 metros y un valor de 23 ohms, su alimentación es de 127 Volts.

2.6 TERMOPAR (TP)

El termopar empleado es de tipo K; este tipo de termopar está hecho de Cromel y Alumen y puede trabajar dentro de un intervalo de temperatura de -270 a 1150 °C, además es el termopar más lineal en la relación Temperatura-voltaje en el intervalo de -200 °C a 1300 °C, el termopar empleado tiene una vaina que lo protege de la oxidación y corrosión. [9].



Figura 2.10. Termopar tipo K

2.7 TRAMPA FRIA (T)

En el experimento para calcular el área mediante BET se emplea una trampa fría como muestra la Figura 2.11. La trampa fría es un recipiente aislado térmicamente, en el cual se deposita nitrógeno líquido.

El porta-muestra se desplaza verticalmente para que el nitrógeno líquido entre en contacto con la muestra, después de cierto tiempo se retira, con lo cual el catalizador adsorbe.

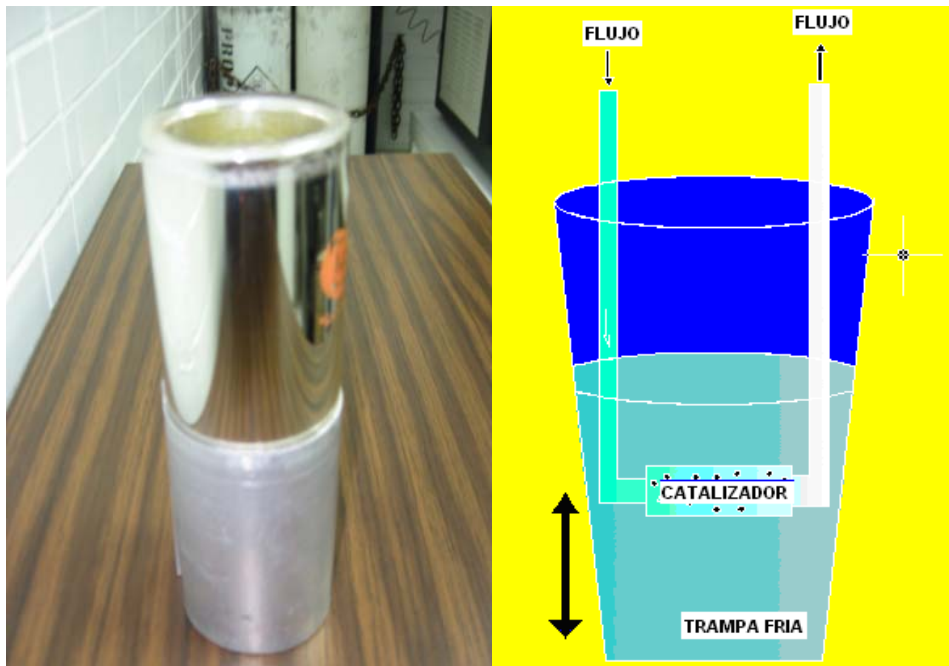


Figura 2.11. Trampa Fría.

2.8 COMENTARIOS

En este capítulo se describieron los componentes que conforman el sistema así como sus características principales, tomando como referencia el esquema del sistema completo que se mostró en la figura 2.1.

En el capítulo siguiente explicaremos como se hará la adquisición de datos y la interfaz electrónica para controlar estos componentes, además se verá la compatibilidad del software con la interfaz y los distintos dispositivos.

Capítulo 3

ADQUISICIÓN DE DATOS

La adquisición de datos se hace mediante los módulos de comunicación Field-Point de National Instrument [9]. Para medir las señales analógicas se empleó el módulo FP – AI- 110 el cual puede medir señales de corrientes y voltajes analógicos con diferentes intervalos de amplitud, además la configuración de este módulo se hace de forma individual en cada uno de los 8 canales con que cuenta, algunas características importantes de este módulo se enlistan a continuación:

- Resolución de 16 bits, 1 por 65,536
- Razón de muestreo de 2.8 ms.
- Ancho de banda de 170 Hz.
- Una impedancia de entrada de 1.5 M Ω

Las señales de salida necesarias para el control de los dispositivos las obtenemos del módulo FP- AI – 210, el cual entrega señales analógicas de voltaje con diferentes valores los cuales se configuran también de forma independiente en sus 8 canales de salida, la corriente máxima que puede entregar este módulo es de 20 mA.



Figura 3.1. Módulos de adquisición de Datos de N.I.

En el Field – Point, cada módulo es configurado para el tipo de señal que va a medir. En la figura 3.2, el módulo “FP- AI – 110” se configura el canal cero para una señal analógica con un intervalo de medición de -10 a 10 V.

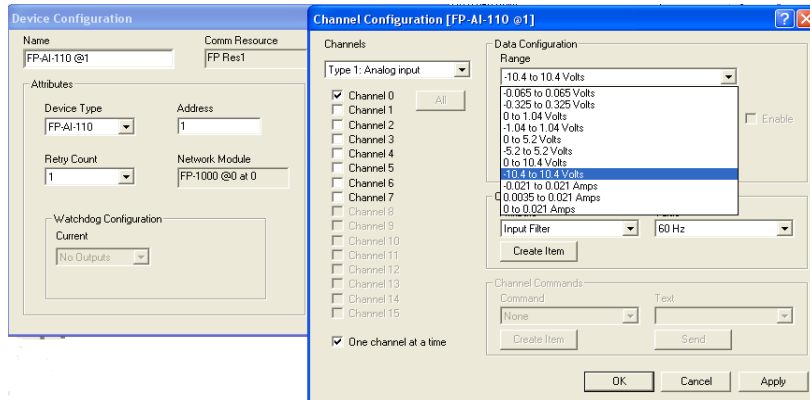


Figura 3.2 Configuración del tipo de señal a medir.

Ambos módulos se conectan con el módulo de comunicación FP- 1000, el cual es la interfaz con la computadora personal. Este módulo al igual que los anteriores se configura desde field- Point, y tiene las siguientes características [9]:

- Comunicación serial RS - 232
- Baud Rates de 300, 1200, 2400, 9600, 38,400, 57600, 115200. (Baud es el número de veces por segundo que la señal cambia su valor).
- Distancia máxima de transmisión de 15 m.

En el programa Field- Point, la configuración de la velocidad de comunicación se selecciona en *Address Dip Settings*, dentro de *Device Configuration*, como se muestra en a siguiente figura.

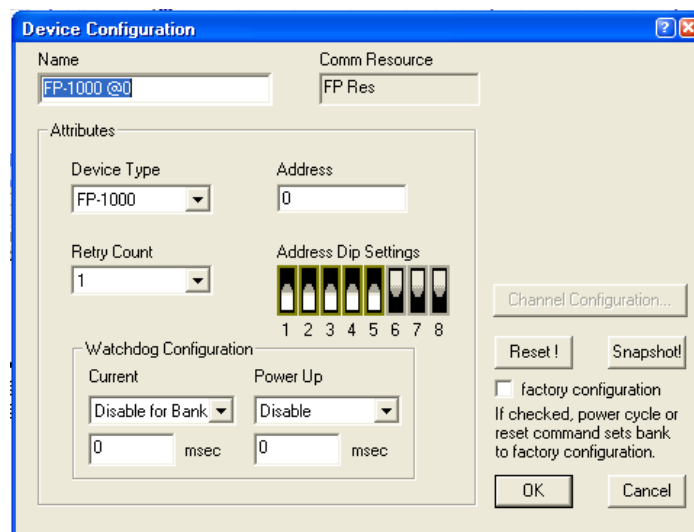


Figura 3.3. Configuración de la comunicación 115200 Baud.

Un aspecto importante de considerar en el modulo de entrada FP-AI – 110, es el intervalo de entrada el cual se menciono anteriormente que es de -10.4 a 10.4 volts lo cual nos genera las siguientes señales de error.

Module	Input Range	Input Range		Effective Resolution	Offset Error		Gain Error	
		Nominal	With Overranging		Typical 15 to 35 °C	Maximum -40 to 70 °C	Typical 15 to 35 °C	Maximum -40 to 70 °C
[c]FP-AI-110	Voltage	0 to 1 V	0 to 1.04 V	25 μV	50 μV	650 μV	0.03%	0.1%
		0 to 5 V	0 to 5.2 V	90 μV	180 μV	1500 μV	0.03%	0.1%
		0 to 10 V	0 to 10.4 V	190 μV	300 μV	2500 μV	0.03%	0.1%
		$\pm 60 \text{ mV}$	$\pm 65 \text{ mV}$	3 μV	30 μV	500 μV	0.03%	0.1%
		$\pm 300 \text{ mV}$	$\pm 325 \text{ mV}$	16 μV	40 μV	600 μV	0.03%	0.1%
		$\pm 1 \text{ V}$	$\pm 1.04 \text{ V}$	40 μV	75 μV	850 μV	0.03%	0.1%
		$\pm 5 \text{ V}$	$\pm 5.2 \text{ V}$	190 μV	300 μV	2500 μV	0.03%	0.1%
		$\pm 10 \text{ V}$	$\pm 10.4 \text{ V}$	380 μV	650 μV	4000 μV	0.03%	0.1%

Tabla 3.3. Señales de error del modulo de entrada PF AI 110.

Lo tabla 3.3 nos señala que un intervalo de ese valor nos genera una señal de Offset de $\pm 650 \mu\text{V}$ típicos y un error de ganancia de $\pm 0.03\%$ típicos.

Además se tiene una resolución de $380 \mu\text{V}$ lo que quiere decir que la señal más pequeña detectada por el modulo es de $380 \mu\text{V}$.

La exactitud de la señal obtenida esta dada por:

$$\text{Exactitud}_{FP-AI-110} = \text{Señal del TCD} \pm 0.03\%$$

3.1 SOFTWARE LABVIEW [9].

Una vez que se configuró la interfaz se emplea el programa de LabVIEW. Con este software se realizan programas que empleen los datos capturados por Field- Point; Lab-VIEW emplea módulos virtuales que se comunican con Field Point para llamar estos datos y para la lógica de programación [9].

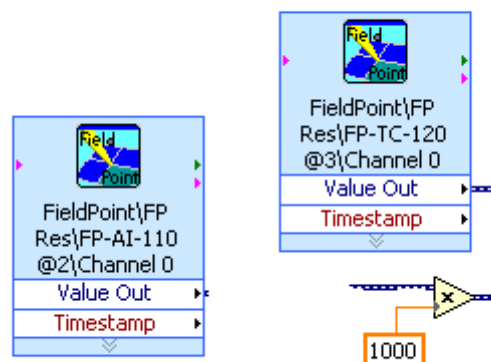


Figura 3.4. Módulos de Field-Point en LabVIEW.

Programando con estos módulos en LabVIEW, se puede hacer aritmética, funciones lógicas, arreglos, almacenamiento de datos, etc., los cuales pueden estar dentro de un ciclo aritmético, ciclo for, ciclo while o de forma secuencial. Un ejemplo de estos módulos se muestra en la figura 3.5.

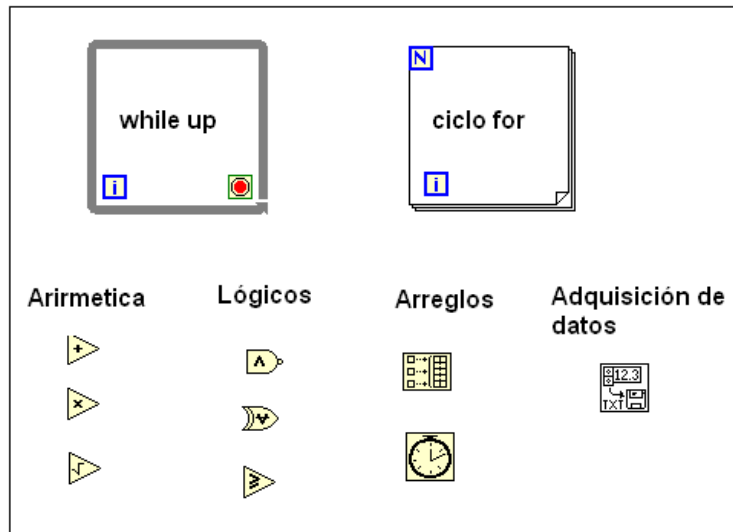


Figura 3.5. Bloques de programación

3.2 ACONDICIONAMIENTO DE LA SEÑAL.

3.2.1 PUENTE DE WHEATSTONE

La figura 3.6, muestra la configuración del puente de Wheatstone. Con el POT1 se controla la corriente que fluye por el puente, el POT2 hace un ajuste a cero y R5 con R6 compensan la presencia de POT2, T son los termistores, los cuales son expuestos al flujo [6].

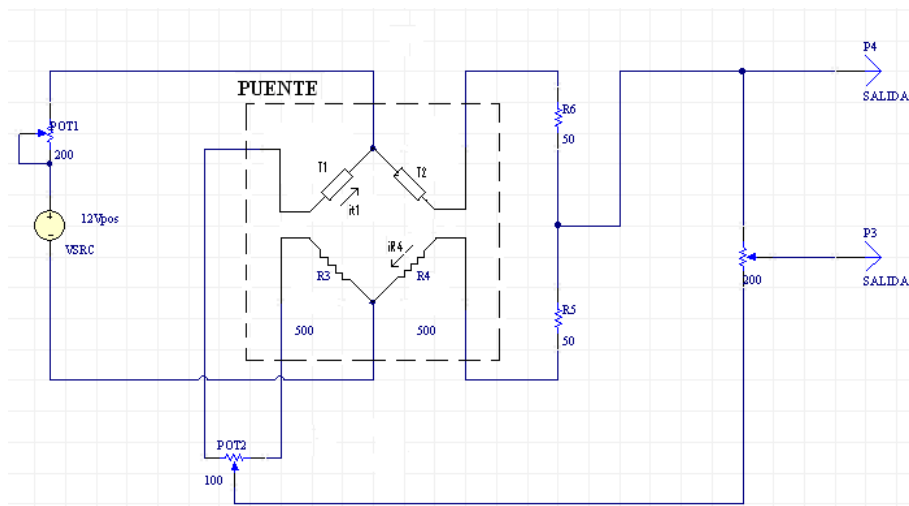


Figura 3.6. Configuración del TCD.

La señal del Puente de Wheatstone es una señal muy pequeña que en el mejor de los casos es de algunos milivolts. Experimentalmente medimos esta señal con el osciloscopio al realizar un experimento BET obtenemos una señal con una amplitud máxima de 32 mV.

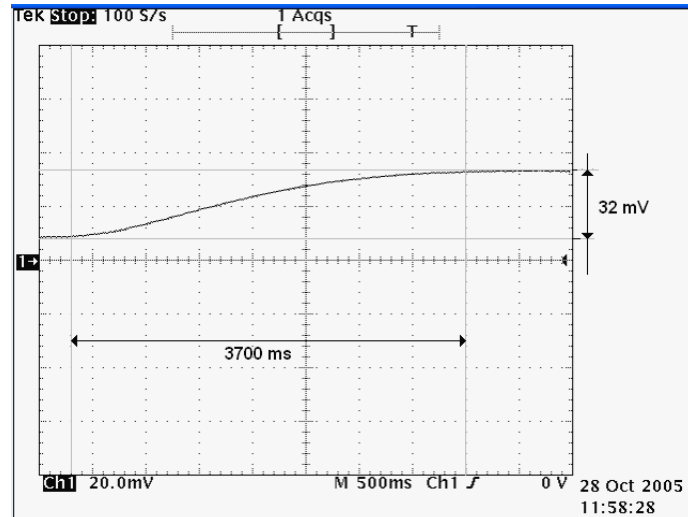


Figura 3.7. Señal de un experimento BET en el osciloscopio

Para obtener una mejor resolución de esta señal, es necesario amplificarla. Con el módulo FP – AI – 110 podemos medir señales con una amplitud máxima de 10 V, así que amplificando esta señal 100 veces podemos obtener señales más apreciables y por debajo del valor límite de éste módulo, por ejemplo para la señal anteriormente medida de 32 mV, con una ganancia de 100, tenemos un voltaje de salida de 3.2 V.

3.2.2 AMPLIFICADOR DE INSTRUMENTACIÓN

Teniendo en cuenta que la señal del TCD es diferencial, por la razón de que proviene de un puente de Wheatstone, se decidió emplear un amplificador de instrumentación debido a que su entrada también es diferencial, además, por otra parte se puede eliminar cualquier señal de ruido, gracias a las ventajas de usar una entrada diferencial [3].

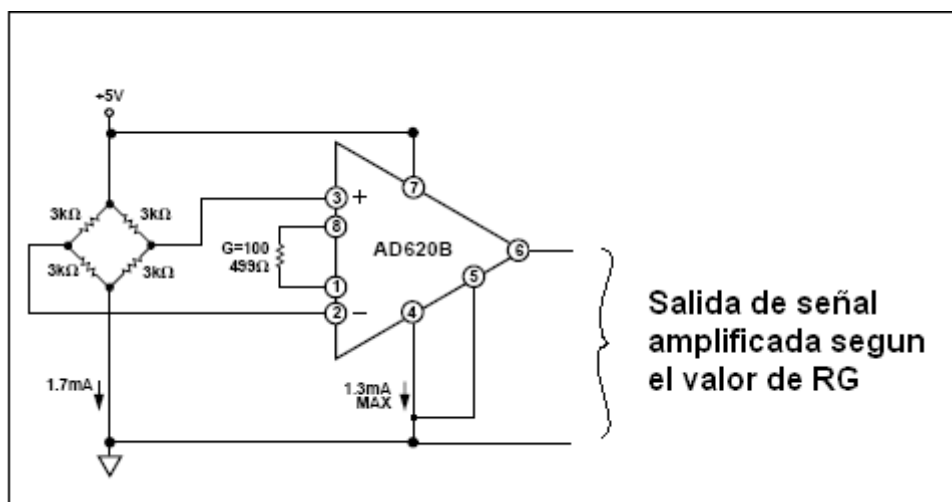


Figura 3.8. Amplificador de Instrumentación.

Como observamos en la figura 3.8, el amplificador de instrumentación no se diseñó con amplificadores operacionales, en lugar de eso, se utilizó el circuito integrado AD620B de *Analog Device*, lo cual disminuye los errores de diseño, este amplificador de instrumentación es programado en su ganancia por medio de una resistencia externa (R_G), que tiene la siguiente relación.

$$R_G = \frac{49.4 \text{ k}\Omega}{G - 1}$$

Valores Requeridos de la Resistencia

Valor de R_G al 1%	Ganancia Calculada	Valor de R_G al 0.1 %	Ganancia Calculada
49.9 k	1.990	49.3 k	2.002
12.4 k	4.984	12.4 k	4.984
5.49 k	9.998	5.49 k	9.998
2.61 k	19.93	2.61 k	19.93
1.00 k	50.40	1.01 k	49.91
499	100.0	499	100.0
249	199.4	249	199.4
100	495.0	98.8	501.0
49.9	991.0	49.3	1,003

Tabla 3.9. Relación de Ganancia del A. I.

La tabla 3.9, muestra la ganancia que corresponde a diferentes valores de R_G , empleando la ecuación anterior, así, para poder obtener una ganancia de 100, empleando la tabla, observamos que necesitamos una resistencia de 499 Ω . Para tener un ajuste de esta ganancia empleamos una resistencia variable.

Algunas características de este amplificador de instrumentación son:

Ancho de banda de 120 KHz.

Razón de rechazo en modo común $G = 10$

Impedancia de entrada de 100 G Ω

Ganancia desde 1 a 1000

Utiliza una alimentación desde ± 2.3 a ± 18 Vdc

Bajo ruido de entrada 0.28 μV (de 1Hz a 10 Hz)

El amplificador de instrumentación nos genera una señal de Offset la cual suponiendo una alimentación desde $\pm 5\text{V}$ a $\pm 15\text{V}$ es de 30 μV típica.

En la figura 3.10, tenemos el esquema del amplificador de instrumentación, el potenciómetro pot1 ajusta el valor de R_G al valor deseado, en este caso 499 Ω , pero también se puede ajustar otro valor para obtener una ganancia mayor a 100 o bien, menor, según se requiera en el ajuste. Como anteriormente se dijo podemos obtener una ganancia de hasta 1000 veces con el mismo amplificador.

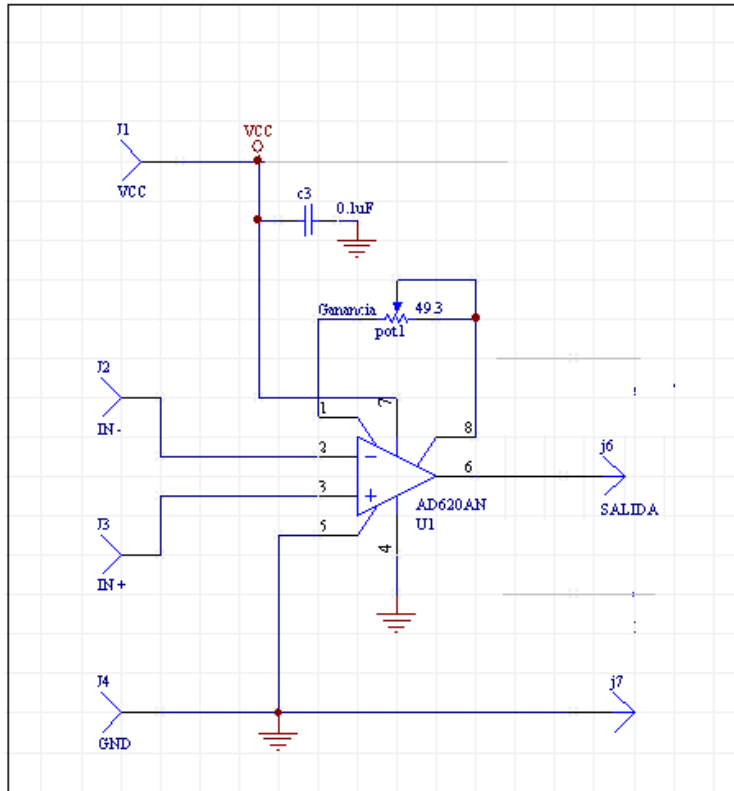


Figura 3.10. Diagrama esquemático del Circuito amplificador de 100 y 1000 veces

El circuito impreso se realizó en Protel 98, el documento PCB (Printed Circuit Board) se muestra en la figura 3.11, en él se muestran las pistas del circuito impreso para esta etapa.

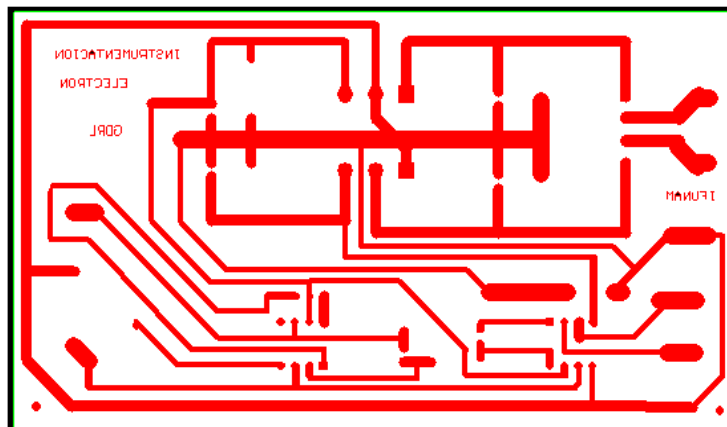


Figura 3.11. Circuito Impreso de Amplificación.

La figura 3.12, muestra el circuito terminado y colocado junto al TCD, de esta forma se acondicionó la señal para poder tener una mejor resolución de ésta, adquiriendo con el módulo de entrada FP - AI - 110 y posteriormente poder enviar su valor a la PC.

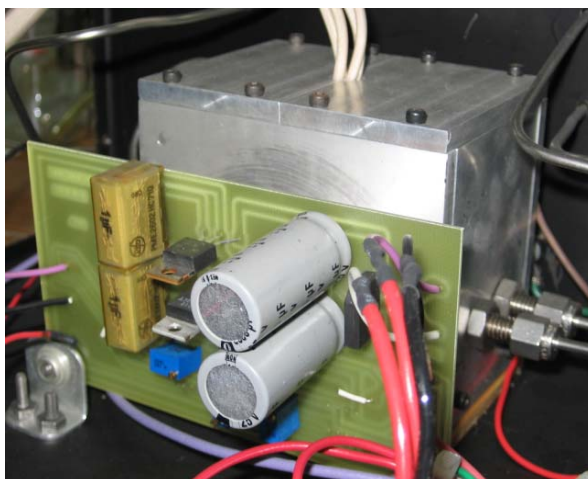


Figura 3.12. Amplificador de Instrumentación montado junto al TCD.

3.2.3 PRUEBA DEL AMPLIFICADOR

Para hacer una prueba de la señal amplificada se realizó un experimento BET, en el cual se utilizó como muestra SiO_2 y Helio como gas de muestra y gas referencia. En la figura 3.13, se observa la adsorción y la desorción del gas, la señal se ha amplificado 100 veces de tal forma que apreciamos claramente del fenómeno.

Una vez que observamos que la amplitud es aceptable podemos pasar a realizar a capturar esta señal con el software Field-Point.

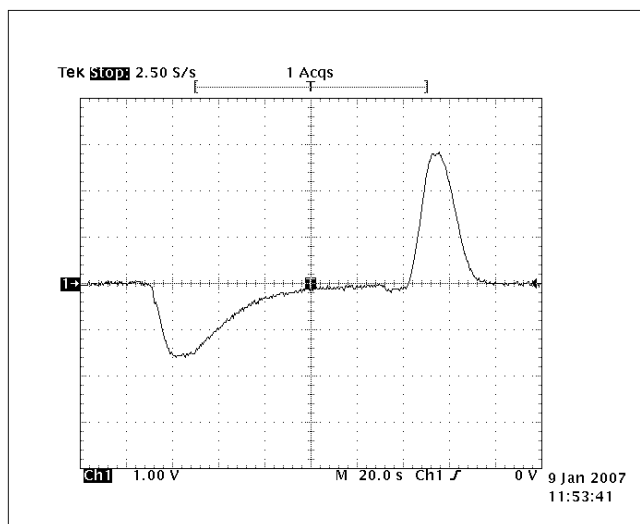


Figura 3.13. Señal de Experimento BET vista en el Osciloscopio

El amplificador AD620A para una amplificación de 100 veces su error es de 0.15%, así la amplificación tiene una exactitud de:

$$\text{Exactitud}_{\text{Ganancia}} = 100 \pm 0.15 \%$$

3.3 PROGRAMA PRUEBA

El programa de prueba es básicamente un paso de comprobación de la compatibilidad de las señales, la interfaz y el programa LabVIEW.

En este programa, además de medir la señal del TCD, se podrá abrir o cerrar la válvula de paso de forma programada y de forma manual, tiene dos gráficos los cuales muestran la señal del TCD, la gráfica más grande mostrará en tiempo real como cambia la señal, mientras que la ventana más pequeña muestra la forma de la señal al final del proceso, de este modo se puede considerar un buen análisis gráfico.

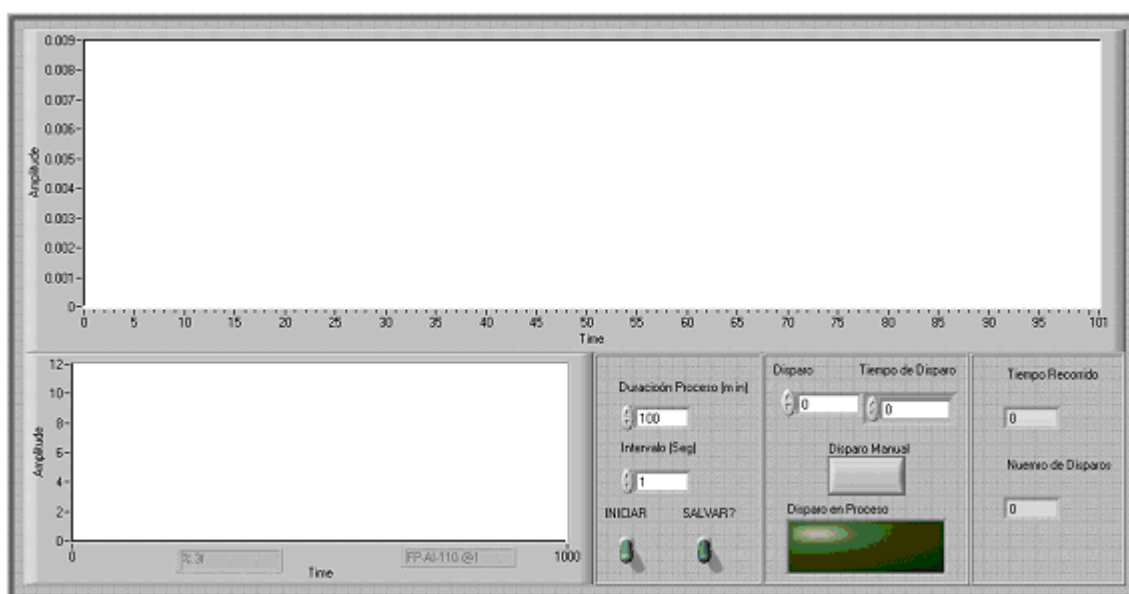


Figura 3.14. Panel Frontal de Programa Prueba

Como se muestra en la figura 3.14, las entradas del programa son: el tiempo de duración del experimento, el intervalo de muestra, disparo programado, disparo manual y el inicio del proceso, además la opción de guardar.

3.3.1 RESULTADOS OBTENIDOS

A continuación en la figura 3.15, podemos ver un gráfico de los datos en un experimento en tiempo real, estos datos se guardaron como archivo .xls y de esa forma se pueden manipular fácilmente en hoja de cálculo Excel.

La gráfica muestra el resultado de un experimento BET, en el cual se emplearon 100 mg de SiO_2 . Se observa la señal de adsorción y desorción del gas. También se observa que esta señal es similar a la captada anteriormente con el osciloscopio, lo cual nos demuestra que los datos obtenidos son reproducibles.

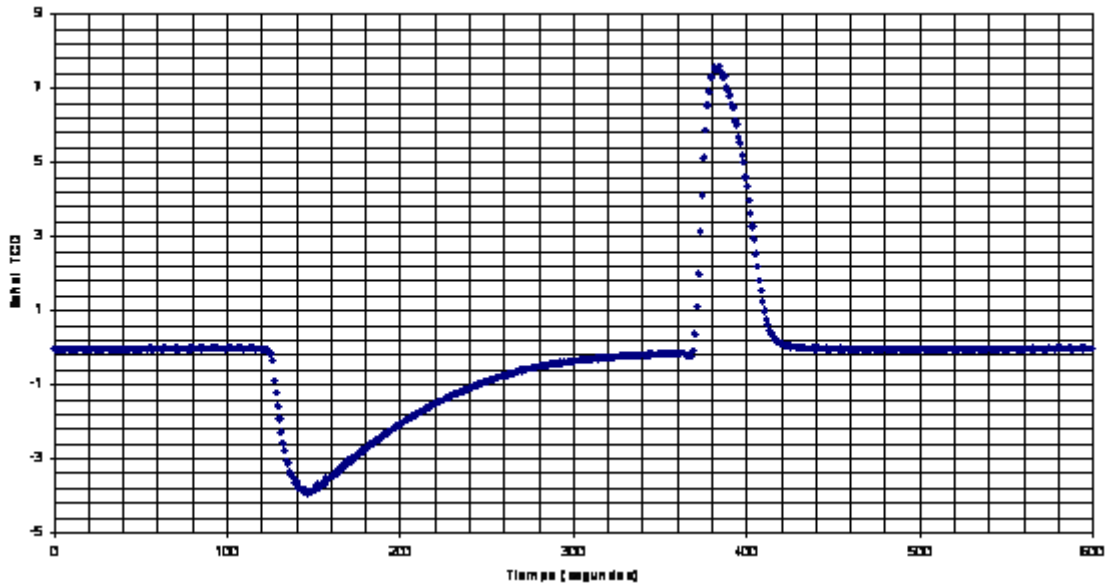


Figura 3.15. Señal de Experimento BET mediante Programa Prueba en Excel.

3.4 COMENTARIOS

Con los resultados obtenidos hasta aquí, se cumple el objetivo en este capítulo, se logró la comunicación entre la computadora personal y la señal del TCD, asimismo, se acondiciono la señal del TCD para obtener una mejor resolución.

Con estos resultados podemos pasar al diseño del sistema, en el capítulo 4 se realiza este diseño en donde con lo aprendido hasta aquí se tiene más claro los pasos a seguir.

Capítulo 4

DISEÑO DEL EQUIPO MULTITAREAS

Una vez conocidos completamente los diferentes dispositivos que integran al sistema a desarrollar y una vez resuelto el problema de la comunicación de éste con la computadora personal procedemos al diseño del sistema. Para ello nos apoyamos en la figura 4.1, la cual nos describe más detalladamente como opera el equipo multitareas

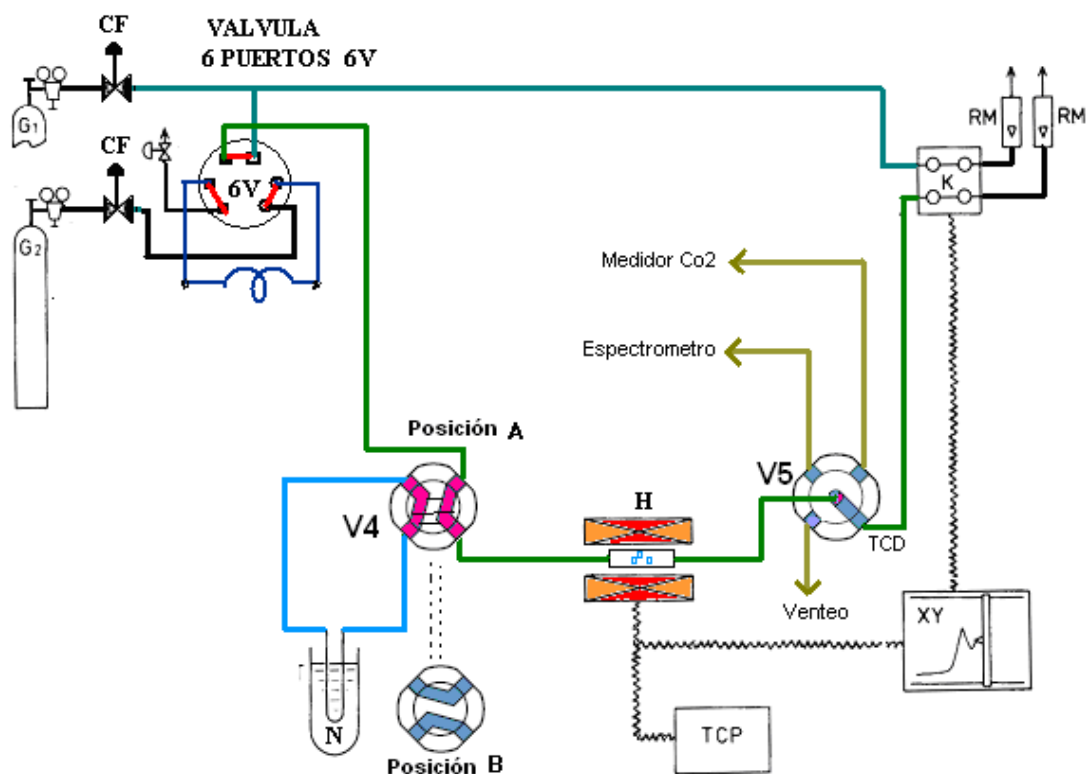


Figura 4.1. Sistema general.

La válvula de cuatro vías, V4, nos ayuda a cambiar el sentido del gas que proviene del suministro, de tal forma que se haga pasar por la trampa fría, para el experimento tipo BET, o directamente por el reactor para experimentos

tipo Pulsos, TPR y TPD. Para PULSOS y BET el Horno no se utiliza, sin embargo se utiliza la misma trayectoria.

Una vez que el gas ha pasado por el catalizador se cambia la dirección del flujo con la válvula V5, hacia venteo, o bien, hacia el TCD,

En un futuro se tiene contemplado aumentar un detector de CO₂ y un espectrómetro de masas, los cuales también podrán seleccionarse con la válvula V5.

En la figura 4.2 se observa una válvula "6V", la cual es una válvula de 6 vías, que como ya se mencionó en capítulos anteriores, es necesaria para cambiar la configuración del sistema. Esta válvula es esencial para poder realizar el experimento de PULSOS.

La válvula tiene dos posiciones, en una de las cuales, sin activarse, posición **A**, la válvula tiene una configuración de tres conexiones internas, al momento que la válvula se acciona, posición **B**, estas conexiones cambian como se muestra en la figura 4.2.

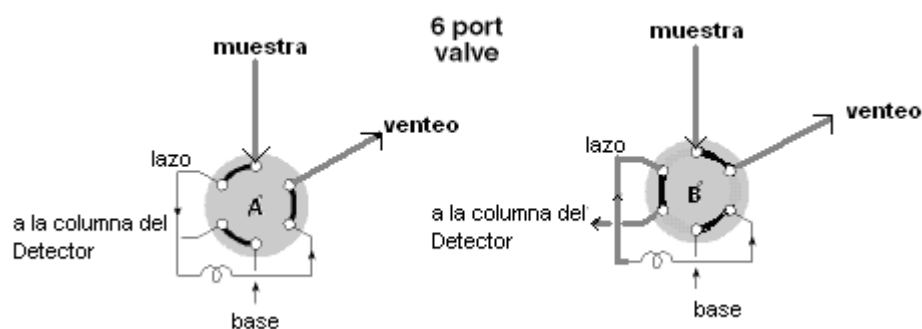


Figura 4.2. Válvula de 2 posiciones 6 vías

Para generar los pulsos primero se mantiene un flujo constante y como se ve en la figura 4.2, el gas muestra se esta venteando en la posición **A**, pero mantiene el lazo con el gas todo el tiempo, al momento de que se activa la válvula conseguimos la configuración **B** y el gas que se ha mantenido en el loop es enviado ahora al sistema.

Anteriormente se mencionó que estas válvulas utilizan actuadores, estos actuadores emplean un conector hidráulico para controlar el paso del aire que acciona a la válvula, este conector hidráulico también fue diseñado, a continuación se muestra el diseño de dicho dispositivo, Figura 4.3.

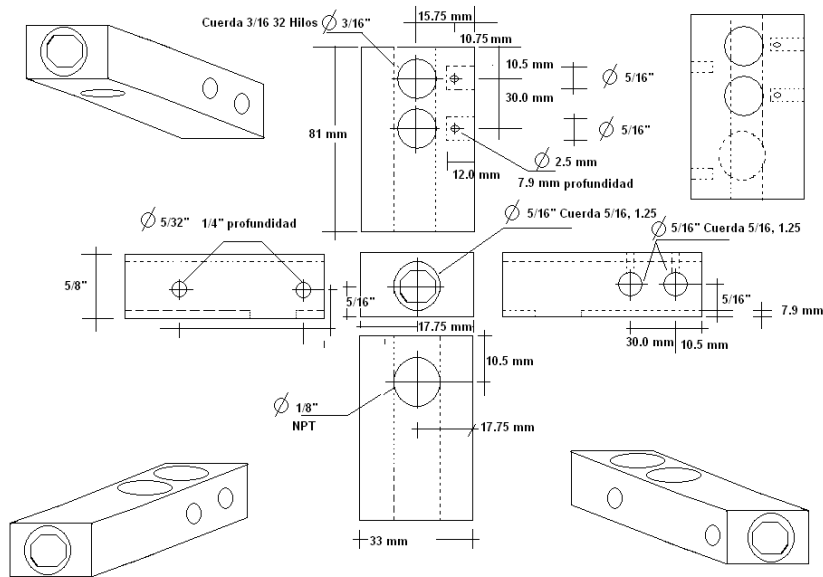


Figura 4.3. Diseño de conector hidráulico para Control Hidráulico.

4.2 CONTROL DE TEMPERATURA

Como se mencionó en capítulos anteriores se emplea el control de temperatura para el horno en donde se coloca el catalizador que será sometido a experimentos TPR y TPD. Para controlar la temperatura, se utiliza un control Proporcional, Integral y Derivativo (PID), dentro del lazo de control, como muestra la figura 4.4.

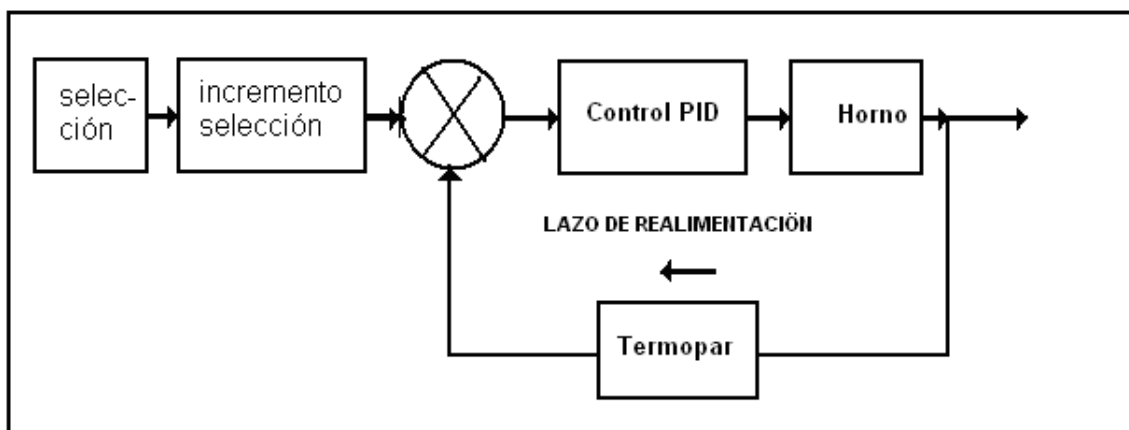


Figura 4.4. Lazo de Control

A continuación explicaremos cada uno de estos componentes que forman el lazo de control.

4.3 SELECCIÓN

En la figura 4.4, se muestra un bloque selección el cual es el valor de la temperatura deseada, este valor entra al lazo de control y se hace una

diferencia entre este valor y el valor de la temperatura actual en el horno, generándose una señal de error.

4.3.1 INCREMENTOS DE LA SELECCIÓN.

Es un modulo que toma el valor deseado por el usuario y lo divide entre el tiempo necesario para cumplir con el incremento de temperatura que el usuario necesita.

$$\text{incremento} = \frac{\text{Temperatura}}{\text{Tiempototal}} \quad (4.1)$$

Por lo tanto el error que se genera, a cada minuto se va incrementando también y la acción de control sigue a este incremento.

4.4 CONTROL PID

Según el valor de error el control PID toma la acción de eliminarlo y da una salida de control adecuada.

El horno se calienta y se vuelve a repetir el ciclo donde cada minuto se va incrementando el valor deseado y el control elimina el error producido. De esta manera se genera la pendiente deseada en la elevación de la temperatura. El control PID, será implementado dentro del programa en LabVIEW y su acción de control será una señal de Modulación por Ancho de Pulso (PWM, por sus siglas en ingles, Pulse Width Modulation), la cual controlará un Triac de mediana potencia como es el 2N2344 que maneja una corriente de 12 A.

La señal PWM nos entrega un pulso, el cual tiene una duración máxima de 5 seg. Y una amplitud de 5 V. El pulso tendrá una duración proporcional a la acción de control, de tal forma que a mayor acción de control, mayor duración de pulso y mayor valor eficaz a la carga.

Referente al control PID que se empleo en la programación, se trata de un control PID paralelo el cual se describe mediante la siguiente ecuación.

$$K_{PID}(s) = K_p \left(1 + \frac{1}{T_r s} + \frac{T_d s}{\tau_d s + 1} \right) \quad (4.2)$$

En ella podemos observar cada acción del control, además podemos ver que necesitamos conocer los valores de las constantes de la acción proporcional K_p , integral $\frac{1}{T_r}$ y derivativa T_d . Es necesario que los valores de las variables estén ajustados con la planta (horno), de esta manera el PID tomara acciones compatibles con el horno, por eso es necesario saber el valor de estas constantes.

4.5 HORNO

Este ya fue mencionado en el capítulo 2 y es la carga a controlar y con base en él se ajusta el control PID como a continuación se muestra.

4.6 AJUSTE DEL CONTROL PID

Para ajustar al control PID utilizaremos el método de la curva de reacción de Ziegler y Nichols, este método es empírico y esta basado en mediciones hechas en la planta real [4].

Siguiendo el método de Ziegler y Nichols [17] para ajustar el control PID, en un sistema de lazo abierto, primero se da un pequeño escalón de entrada al sistema (energía), una vez que se ha estabilizado (alcanza cierta temperatura y ahí se mantiene sin cambios), se da otro escalón de entrada y se analiza esta curva de reacción.

Los escalones de entrada, en el área de control se refieren a pulsos de una señal excitadora, estos pulsos sirven para caracterizar un sistema desconocido dando una entrada conocida y analizando su respuesta a ella [5].

Este valor en nuestro sistema es la señal de línea de 127 VAC, en función del tiempo.

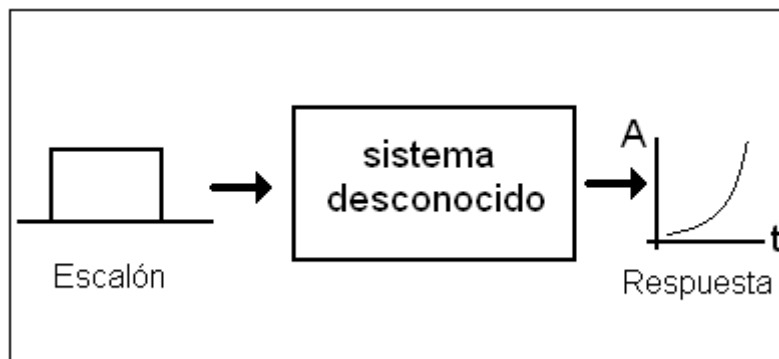


Figura 4.5. Caracterización de un sistema.

Continuando con el método de Ziegler y Nichols, una vez que aplicamos el escalón, obtenemos la respuesta típica de un sistema térmico como se muestra en la siguiente figura 4.6 [4].

En esta respuesta podemos obtener los valores de retardo y la pendiente de calentamiento, considerando la elevación de la temperatura de un valor inicial a un valor final.

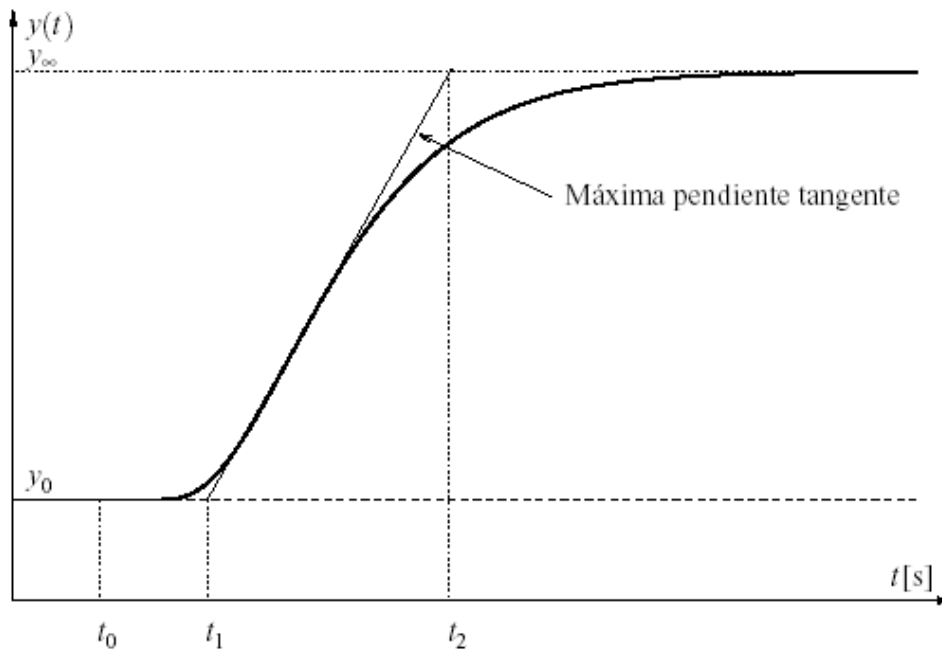


Figura 4.6. Parámetros Para el Método de Ziegler y Nichols.

Después de encontrar estos valores los empleamos en calcular las constantes para sintonizar el PID, con las siguientes formulas propuestas por este método.

$$k_0 = \frac{y_\infty - y_0}{u_\infty - u_0}, \quad \tau_0 = t_1 - t_0, \quad \gamma_0 = t_2 - t_1. \quad (4.3)$$

En donde U es el escalón o bien, en nuestro caso particular, la energía aplicado en la entrada del sistema,

Los parámetros del controlador PID propuestos por Ziegler y Nichols a partir de la curva de reacción se determinan en la tabla 1.

	K_p	T_r	T_d
P	$\frac{\gamma_0}{K_0 \tau_0}$		
PI	$\frac{0,9\gamma_0}{K_0 \tau_0}$	$3\tau_0$	
PID	$\frac{1,2\gamma_0}{K_0 \tau_0}$	$2\tau_0$	$0,5\tau_0$

Tabla 4.1. Constantes del control PID según Ziegler y Nichols

Haciendo el experimento con nuestra planta (horno), la señal escalón que se aplica es un pulso con una duración de 2 segundos, en un periodo de 5 segundos, estos pulsos son cartuchos de señal de Voltaje de Corriente Alterna (VAC), el siguiente pulso es de 2.5 segundos.

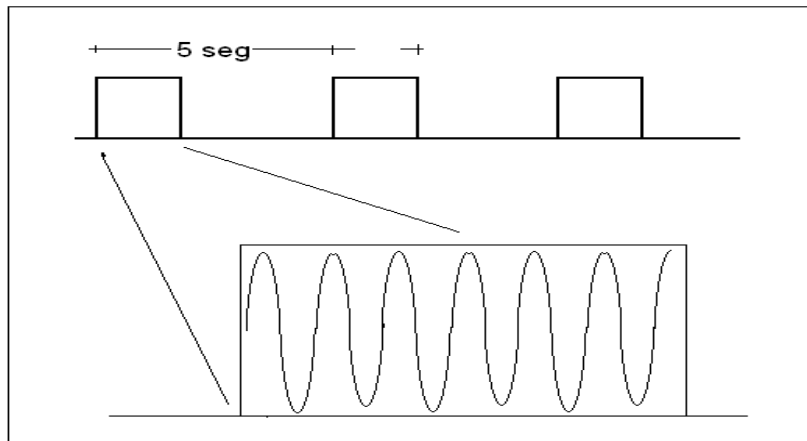


Figura 4.7. Señal PWM.

Con el primer pulso con duración de 2 segundos se alcanza una temperatura de $640\text{ }^{\circ}\text{C}$, después, ampliando la duración del pulso a 2.5 segundos se alcanza una temperatura de $780\text{ }^{\circ}\text{C}$. De esta manera obtenemos la curva de reacción tal como lo pide el método de Ziegler y Nichols.

Método de Ziegler y Nichols de Curva de Reacción

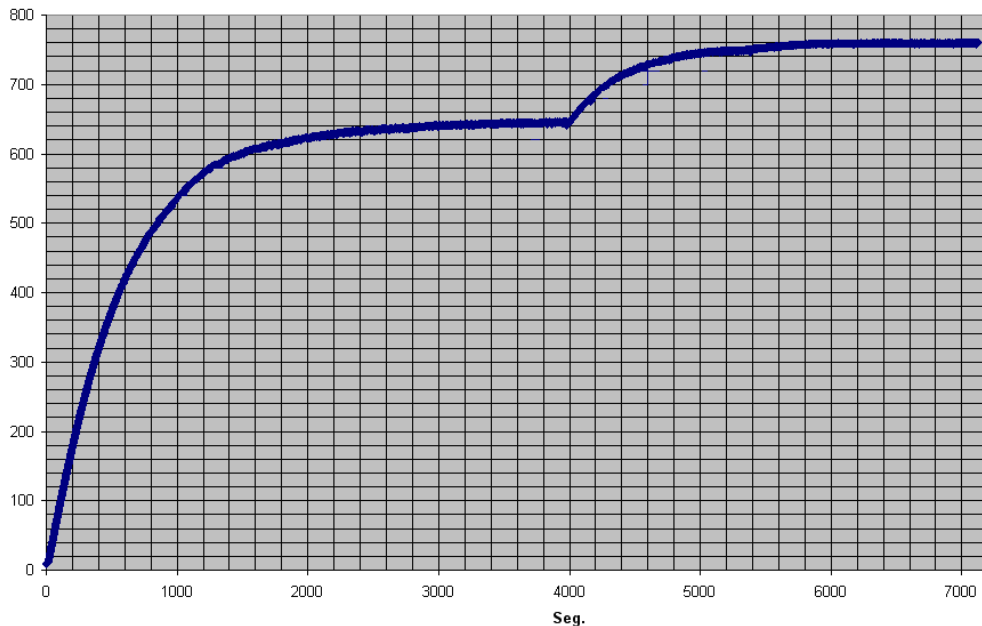


Figura.4.8. La reacción del sistema con dos escalones sucesivos.

A esta curva de reacción podemos hacerle un acercamiento en la reacción del segundo escalón, esto se muestra en la figura 4.9.

Método de Ziegler y Nichols de Curva de Reacción

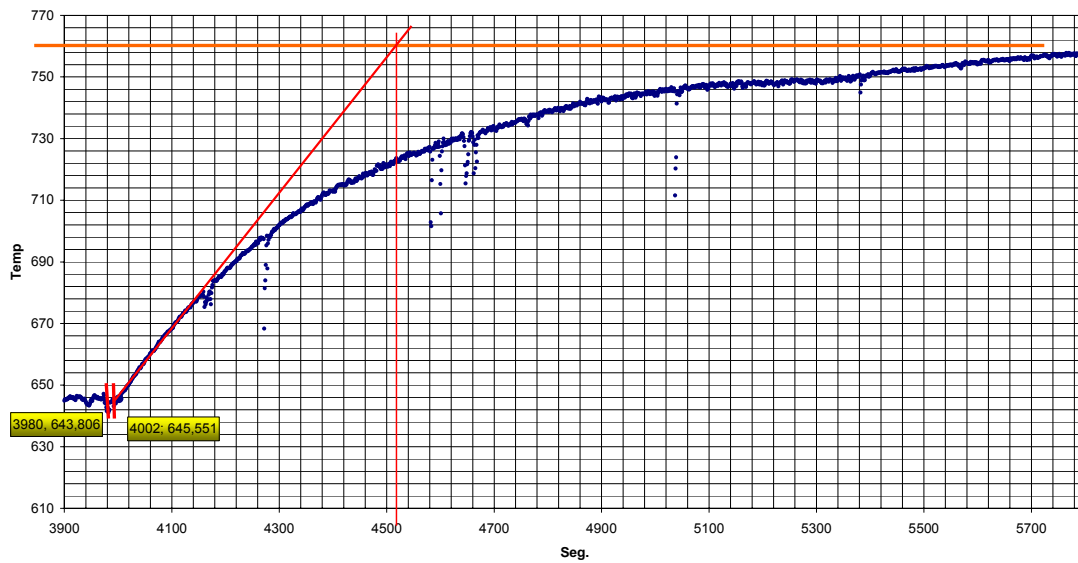


Figura 4.9. Acercamiento de la curva de reacción para obtener L y T.

La energía aplicada al horno la calculamos de la siguiente manera:

$$U = P_{ca} t \quad (4.4)$$

Donde sabemos que:

$$P_{ca} = V_{rms} I_{rms} \quad (4.5)$$

$$U = V_{rms} I_{rms} t \quad (4.6)$$

Así que para un tiempo de 2 segundos empleando ec. 4.6, tenemos que:

$$U_0 = (127)(6)(2) = 1524 \text{ ws } \text{ ó Joule}$$

Así mismo para calcular la energía consumida en 2.5 segundos tenemos:

$$U_\infty = (127)(6)(2.5) = 1905 \text{ ws } \text{ ó Joule}$$

Además basados en la figura 4.9 y recordando la figura 4.3 vemos que los parámetros propuestos por Ziegler y Nichols son:

$$k_0 = \frac{y_\infty - y_0}{u_\infty - u_0}, \quad \tau_0 = t_1 - t_0, \quad \gamma_0 = t_2 - t_1.$$

$$y_\alpha = 760$$

$$y_0 = 642$$

$$U_\alpha = 1905 \text{ W}$$

$$U_0 = 1524 \text{ W}$$

$$t_0 = 3980$$

$$t_1 = 4002$$

$$t_2 = 4510$$

Con lo cual:

$$K_o = \frac{760 - 642}{1905 - 1524} = 0.309$$

$$\tau_0 = 22$$

$$\gamma_0 = 508$$

Haciendo los cálculos para el control PID según la tabla 4.1 tenemos que las constantes del controlador son:

$$K_p = 89$$

$$T_r = 44$$

$$T_d = 12$$

Mediante el método de Ziegler y Nichols hemos obtenido una aproximación de las constantes que requerimos para controlar el sistema con un control PID, sin embargo será necesario hacer un ajuste de estas constantes mediante el método de prueba y error, el cual consiste en variar las constantes del PID según se obtenga la respuesta del sistema, con las siguientes consideraciones.

1. La acción Proporcional tenderá siempre a disminuir el error del sistema, pero debido a que su acción es proporcional a este error, nunca lo disminuirá en su totalidad, en sistemas de segundo orden o mayor este parámetro puede provocar inestabilidad en algunos valores.
2. La acción integral va guardando un historial del error, de tal forma que da una ganancia extra al control proporcional, ayuda a que el control sea más rápido en su acción, sin embargo puede llevar al sistema a una inestabilidad.
3. La acción derivativa puede dar mayor estabilidad al sistema, ayuda a que el sistema sea más lento pero en ciertos valores puede hacer que un sistema sea inestable.

4.7 CONTROL "PID" UTILIZANDO LabVIEW

Exploraremos como funciona este modulo PID, programado con LabVIEW, con ello podemos dar una introducción a la forma de programar virtualmente y después pasaremos a la explicación del programa para los experimentos a ejecutar.

El control PID dentro del programa esta representado como se muestra en la figura 4.10. Aquí podemos apreciar que los parámetros del PID están preestablecidos y fijos, mientras que las variables de entrada Set Point y la

variable del proceso están cambiando continuamente, así como su acción de salida.

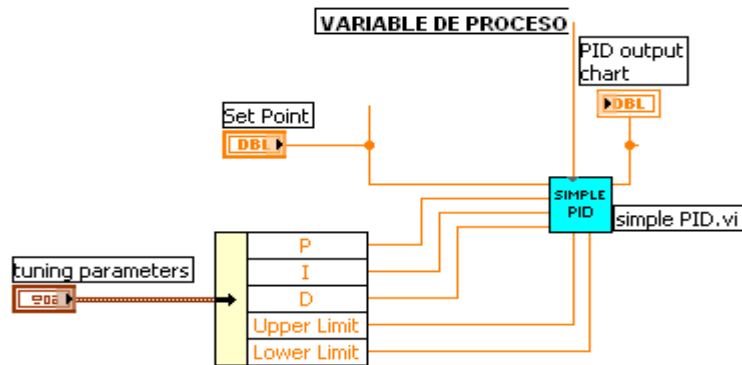


Figura 4.10. Control PID en LabVIEW.

La salida del control PID es la suma de los tres parámetros, además esta limitado por bloque donde se coloca el limite del valor superior (upper limit) e inferior (lower limit).

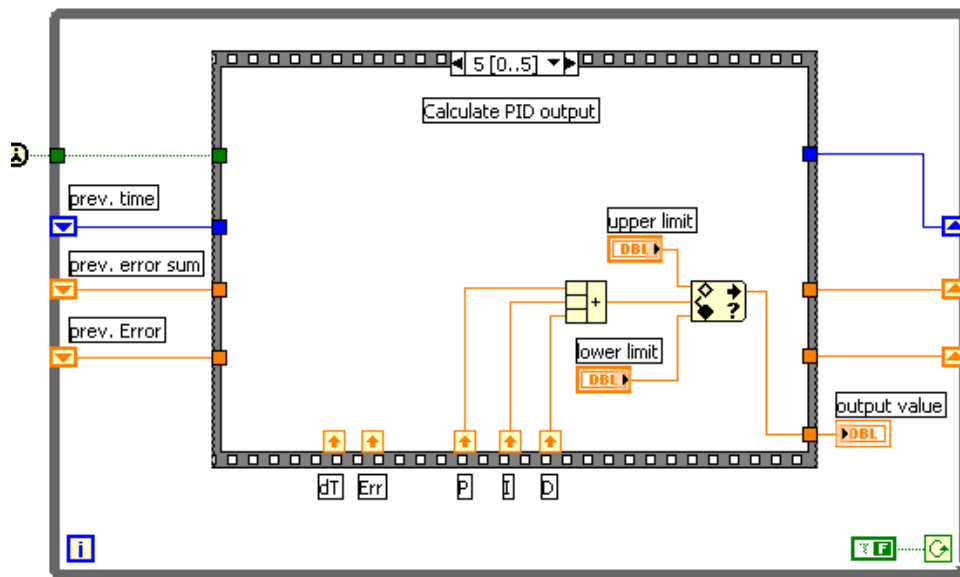


Figura 4.11. Suma de variables P, I y D

$$PID = P + I + D \quad (4.7)$$

El error del sistema se genera con la diferencia del set Point y la variable del proceso o temperatura.

$$Error = Variabledeentrada - Variabledeproceso \quad (4.8)$$

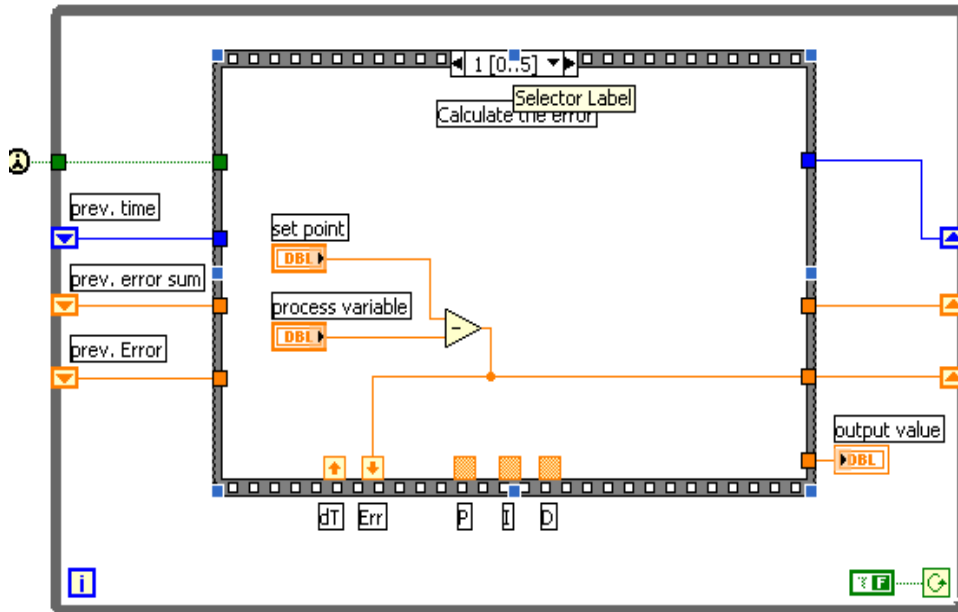


Figura 4.12. Error.

A su vez cada una de estas acciones se genera con base en el error de entrada como vemos a continuación. La acción proporcional es el producto del parámetro Proporcional (P) y el error presente

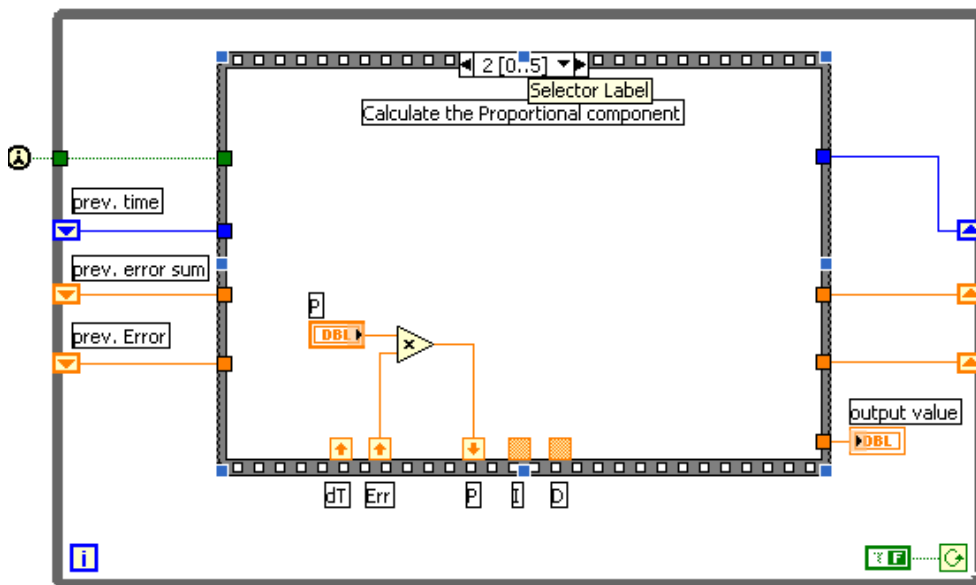


Figura 4.13. Variable Proporcional.

$$P_{n+1} = Err * P_n \quad (4.9)$$

Y por lo tanto esta acción proporcional va cambiando conforme cambia el valor de error, a mayor error mayor la acción proporcional.

En la acción integral también se genera una acción en función del error, además, esta acción se va incrementando en función del tiempo, así mientras no se elimine el error la acción integral aumentara más y más.

$$I_n = Ie_{t_n} dt_n + \nabla I_{t_{n-1}} \quad (4.10)$$

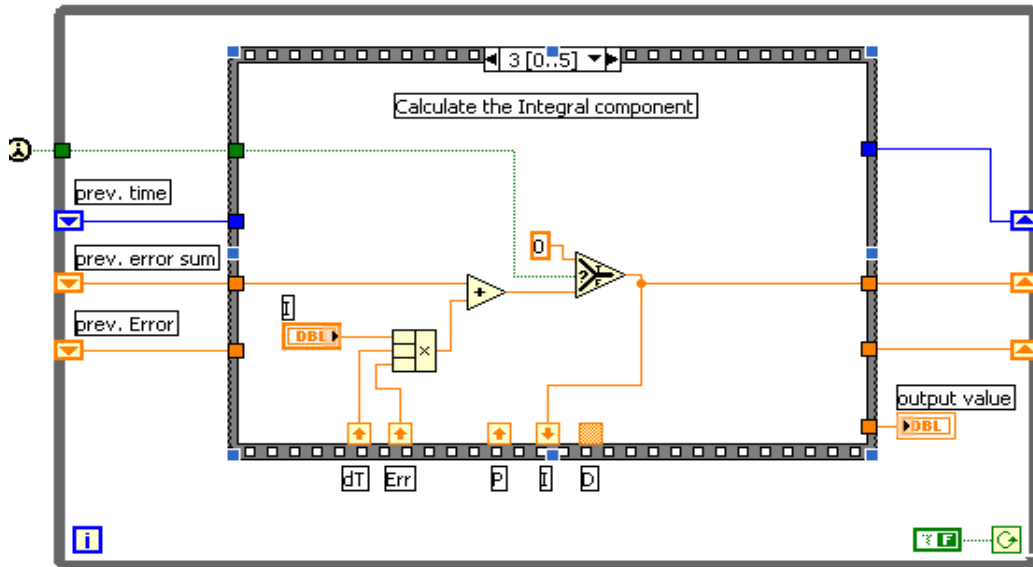


Figura 4.14. Variable Integral.

Para generar la acción Derivativa se considera la diferencia del error previo y el error presente, su resultado se divide entre el incremento del tiempo y este valor se multiplica por la variable Derivativa (D), al igual que la acción integral el primer valor de la acción derivativa es cero.

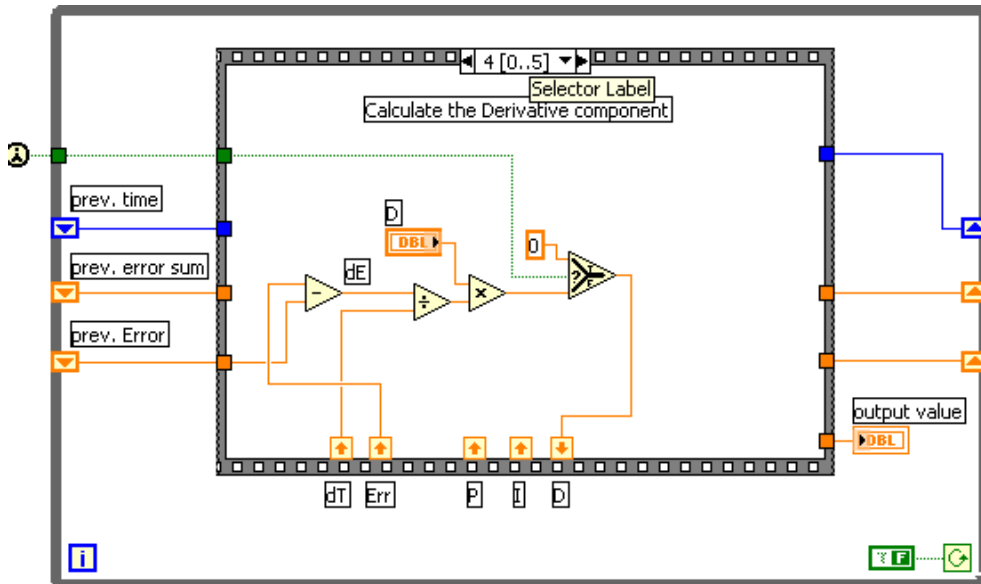


Figura 4.15. Variable Derivativa.

$$D_{t=n} = \frac{(Err_{t=n} - Err_{t=n-1})}{dt_n} D \quad (4.11)$$

El incremento del tiempo (dT), se muestra en la figura 4,16, el cual esta en otro ciclo, este valor esta en segundos y va incrementándose a cada ciclo.

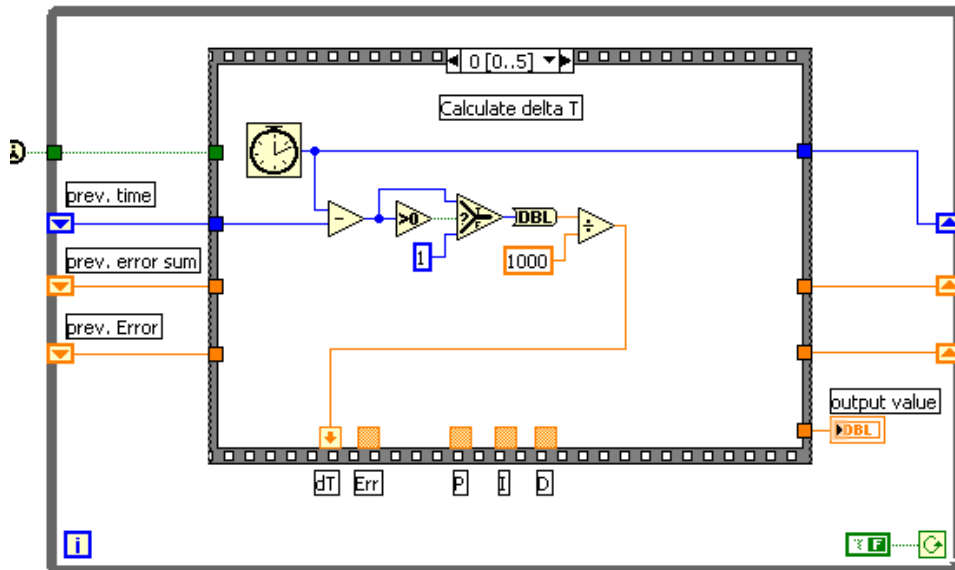








Figura 4.16. Incremento de Tiempo.

El contador  cuenta el tiempo que dura determinado ciclo en milisegundos, entonces  obtiene la diferencia del tiempo entre el ciclo anterior y el actual, con  se pregunta si este valor es mayor a cero, si lo es  entrega ese valor, en caso contrario entrega el valor 1 los cual con  se cambia a un valor flotante de doble precisión este valor se divide entre mil con  y así se obtiene el valor en segundos, con esto se obtuvo el incremento del tiempo.

A continuación describiremos los programas que ejecutan los experimentos a desarrollar.

4.8 PROGRAMA

El programa esta hecho en forma virtual con el lenguaje de programación LabVIEW de National Instrument. El programa principal muestra un menú de los experimentos que pueden ser realizados como BET, TPR, TPD, Pulsos y Estado estable, también tenemos opción de ayuda para la utilización de este programa, el ajuste a cero se puede hacer desde este panel principal o desde cada programa y tenemos la opción de hacer un diagrama de flujo diferente a los establecidos por cada experimento.



Figura 4.17. Programa Principal de Equipo Multitareas.

4.8.1 PROGRAMA BET

Al oprimir el botón BET en el programa principal se despliega el panel frontal del programa BET, figura 4.17, En este panel frontal se muestran dos carpetas PRINCIPAL y DIAGRAMA, dentro de la carpeta principal se selecciona el flujo del gas estos valores son en mililitros por minuto (ml/min.), también tenemos la opción de agregar una señal de offset para ajustar a cero la señal del TCD esta señal puede ser de hasta $\pm 200\text{mV}$, un control igual se muestra para ajustar un tiempo de retardo el cual es recomendado ya que durante este tiempo se drena la tubería.

Con el botón SALVAR se selecciona la opción de salvar y se indica por medio de la ventana ARCHIVO.

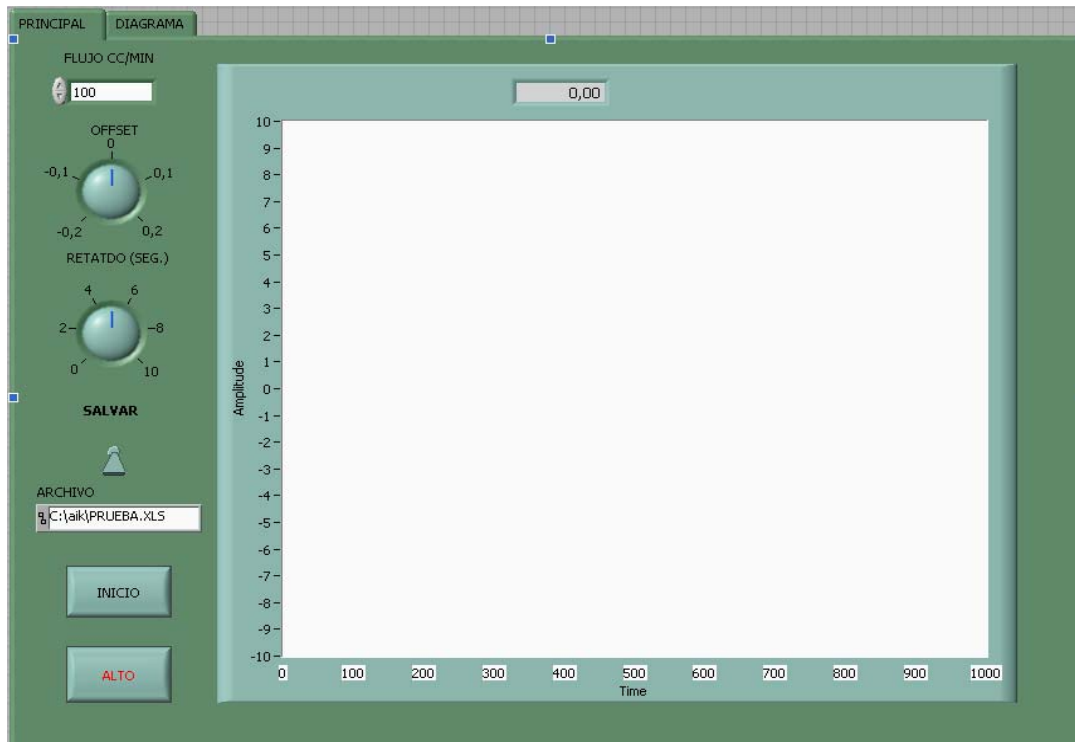


Figura 4.18. Panel Frontal del Experimento BET.


Con el botón INICIO se ejecuta el experimento, una vez que se han dado todos los parámetros, el botón ALTO detiene el programa.

En la gráfica se muestran los valores que se obtienen del experimento en tiempo real, además en la parte superior de la gráfica se da un valor digital de estos valores.

4.8.2 PROGRAMA PULSOS.

En el experimento PULSOS se tienen parámetros similares al experimento BET, algunos cambios son que se manejan dos flujos en lugar de uno, también se tiene un ajuste a cero y un retardo en donde de igual forma será drenada la tubería.

También tenemos el INTERVALO y DURACIÓN, los cuales se refieren al intervalo de tiempo en que se cambia de gas (del gas base al gas muestra), y el tiempo que dura este segundo gas, generándose así el pulso.

El experimento continua hasta que se de la acción de alto, igualmente se tiene la opción de guardar los datos generados en un archivo que es seleccionado por el usuario con .

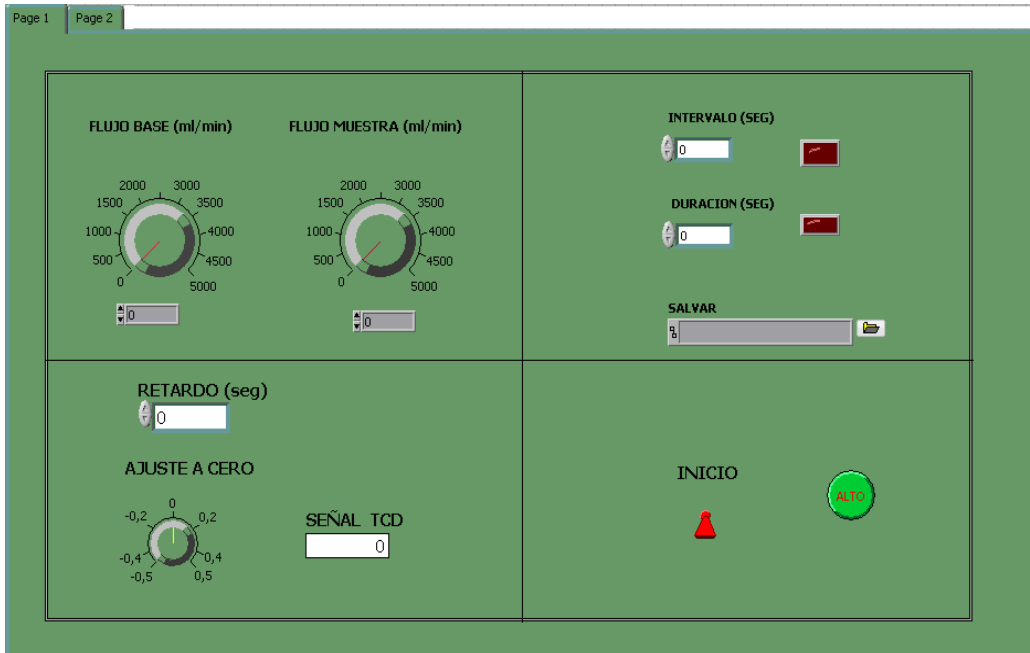


Figura 4.19. Panel Frontal del Experimento PULSOS.

4.8.3 PROGRAMA TPD Y TPR

En la figura 4.20, se muestra el panel frontal del Experimento TPD, el cual también maneja un solo gas.

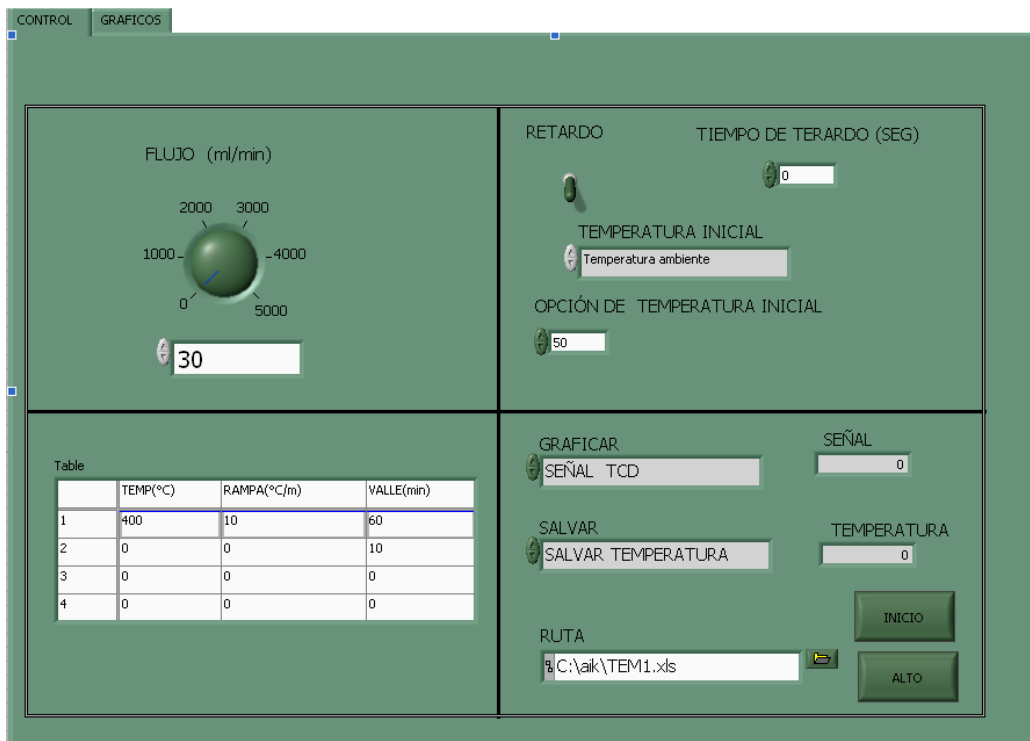


Figura 4.20. Panel Frontal del Experimento TPD.

Este experimento cuenta con una tabla, en la cual se pueden programar varias rampas de temperatura, en la segunda columna se coloca el valor de la temperatura deseada, en la tercera columna el valor de la pendiente $^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Y en la cuarta columna se introduce el valor del valle, el valle es el tiempo en que la temperatura se mantendrá en la temperatura deseada, ver figura 4.21.

	TEMP(°C)	RAMPA(°C/m)	VALLE(min)
1	400	10	60
2	0	0	10
3	0	0	0
4	0	0	0

Figura 4.21. Tabla de Programación de Temperatura.

En este experimento el retardo tiene la opción de tener una temperatura inicial antes de empezar el experimento, esta temperatura de antemano es la ambiente pero al seleccionar “otra temperatura” se indica ese valor en el cuadro de opción de temperatura.

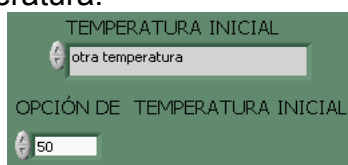


Figura 4.22. Selección de temperatura inicial en el retardo.

Esta opción ayuda, además de llegar a una temperatura inicial para el experimento, también elimina la inercia del horno al momento de iniciar su calentamiento, lo que permite una respuesta más rápida.

Como en este experimento se manejan tanto la señal del TCD como la señal de temperatura se tiene la opción de graficar cualquiera de las dos o las dos o ninguna, de la misma manera se selecciona que señal se va a guardar.



Figura 4.23. Selección de señal a Graficar y Salvar

En este panel frontal se muestra de forma digital el valor de estas señales en todo momento del experimento, también se cuenta con los botones de INICIO y ALTO.

4.8.4 ANÁLISIS DEL PROGRAMA TPR.

El experimento TPR es esencialmente lo mismo en cuanto al programa pero cambia el hecho de que podemos controlar dos flujos en lugar de uno.

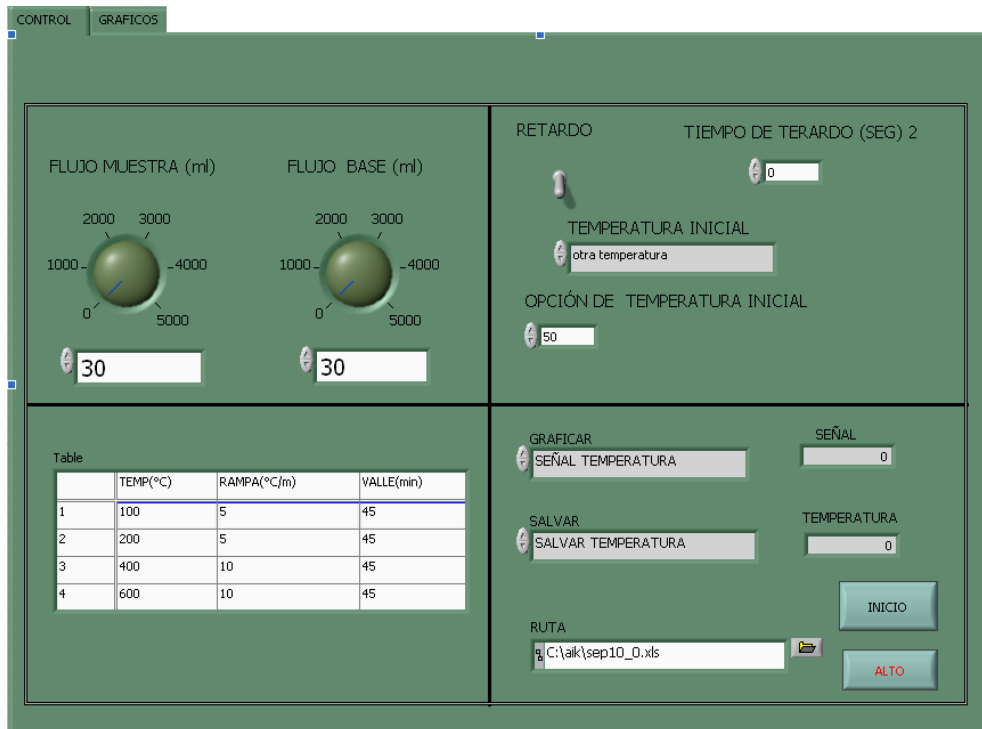


Figura 4.24. Panel Frontal del Experimento TPR

La forma de programación en LabVIEW utiliza arreglos para comunicarse con los módulos de Field-Point estos arreglos contienen las señales de entrada o salida en cada canal. La selección de cada canal se muestra en la figura 4.25, en donde cada señal tiene un canal designado ya sea en el módulo de entrada FP-AI-110 o el módulo de salida FP-AO-210.

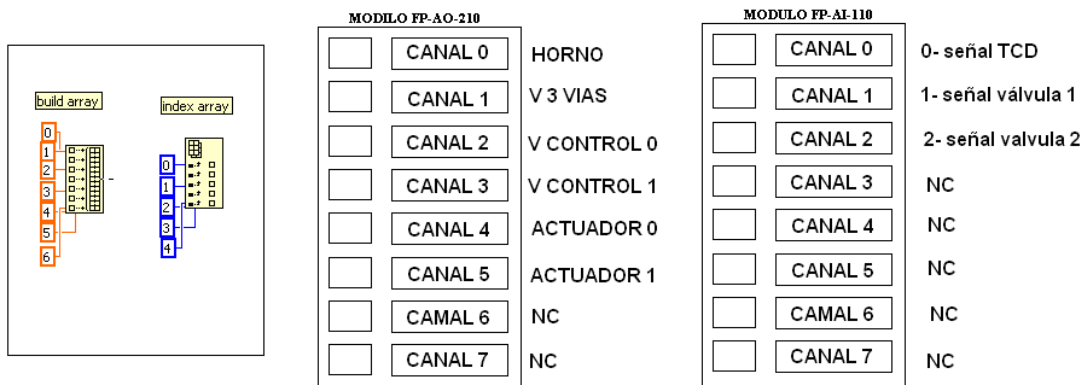


Figura 4.25. Selección de Canales.

En el programa tenemos bloques que abren el archivo de Field-point desde su dirección en este caso el archivo está en la dirección C: \aik\uno.iak, los módulos son de entrada y salida y cada uno maneja sus señales desde Field Point, estos módulos son: el módulo FP AI- 110 posición 1, FP-AO-210 posición 2 y el módulo FP-TV-120 en la posición 3, como observamos en la figura.

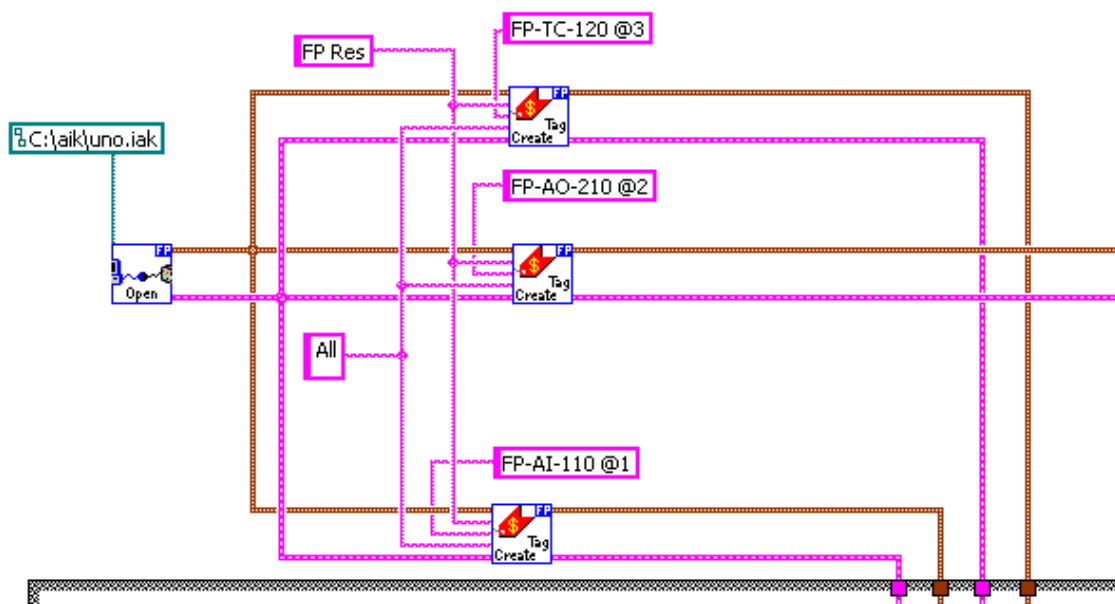


Figura 4.26. Invocación de Field Point.

A continuación se presenta el diagrama de flujo en el cual analizaremos el programa TPR, ya que es el programa con mayor complejidad y analizando esté, se da una idea de cómo se realizaron los otros programas.

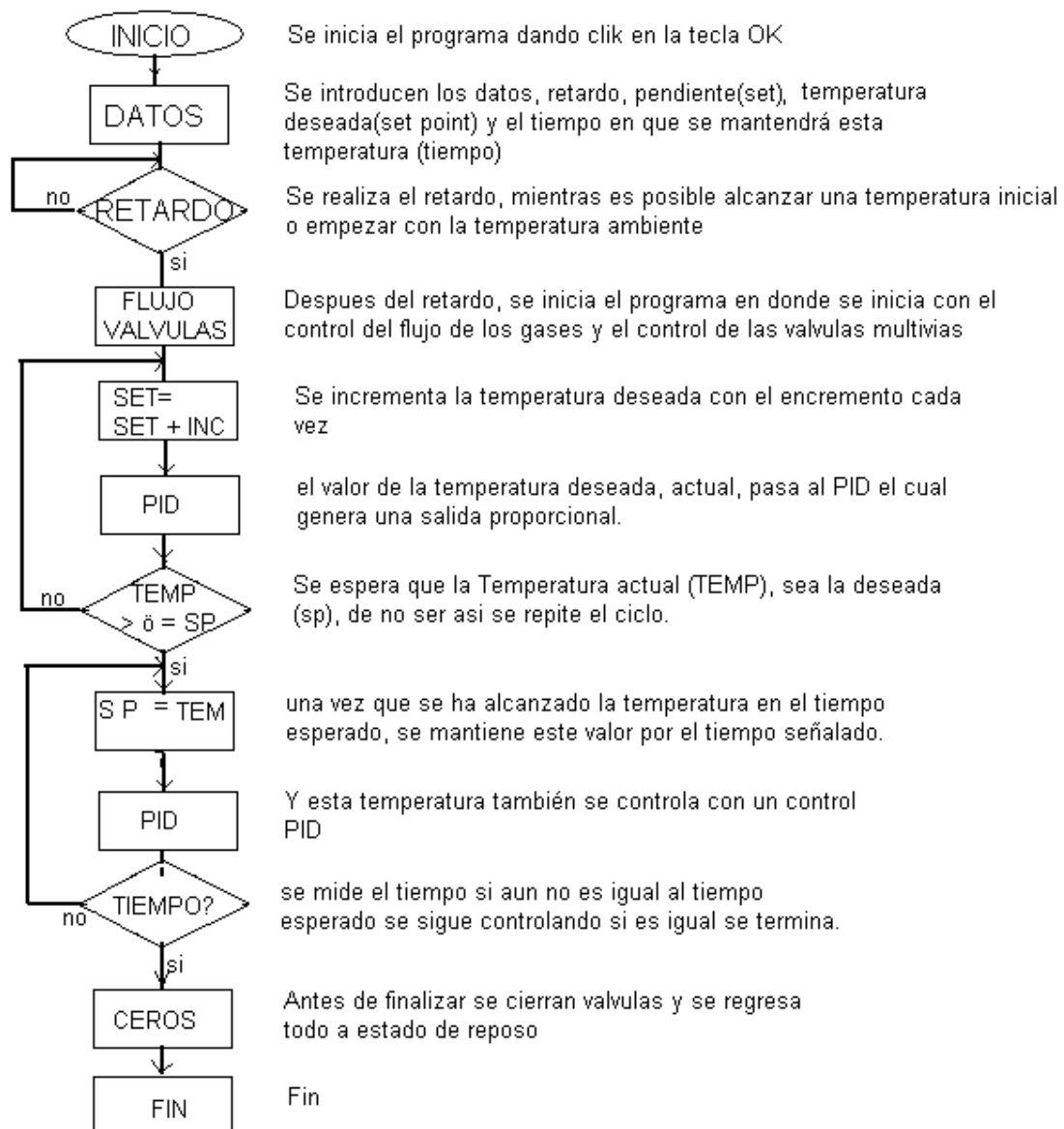


Figura 4.27. Programa TPR.

Como observamos el programa consiste en 3 ciclos principales que son: el Retardo, el Incremento y el Mantener la temperatura por un intervalo de tiempo, estos ciclos suceden de forma secuencial y en el orden descrito, así que este programa virtual tiene la estructura.

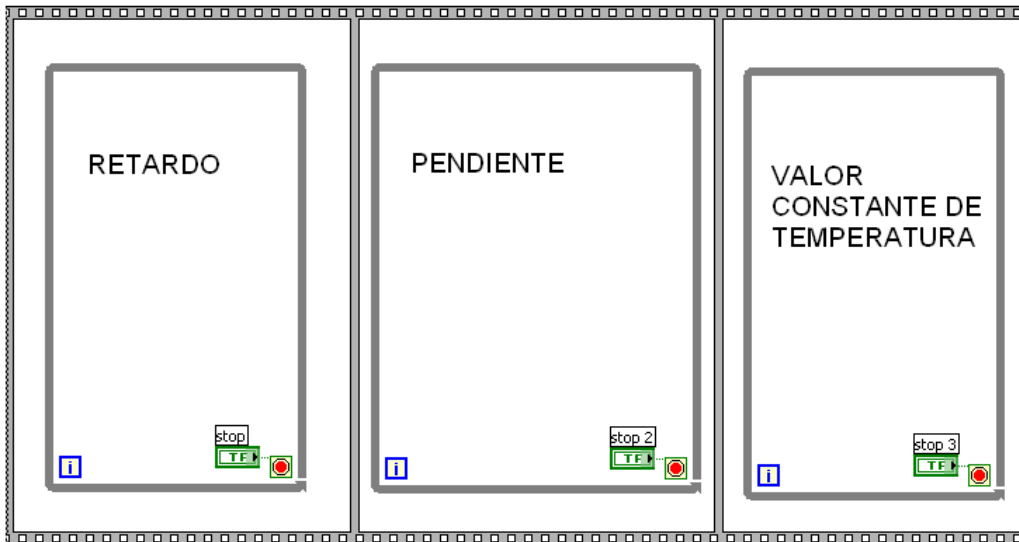


Figura 4.28. Estructura General del Programa en forma Virtual.

4.8.5 RETARDO

En el siguiente diagrama se observan el ciclo del retardo, este ciclo termina de ejecutarse una vez que el valor de i (segundos) es igual al valor de Retardo o bien cuando el valor booleano de la opción retardo es negado (cuando no se solicita desde un principio el Retardo). También en el retardo es posible alcanzar un valor de temperatura inicial, para esto contamos con un control PID que controlará la temperatura del horno, esta temperatura puede ser cualquier temperatura deseada por el usuario dentro del intervalo de temperatura ambiente a $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$.

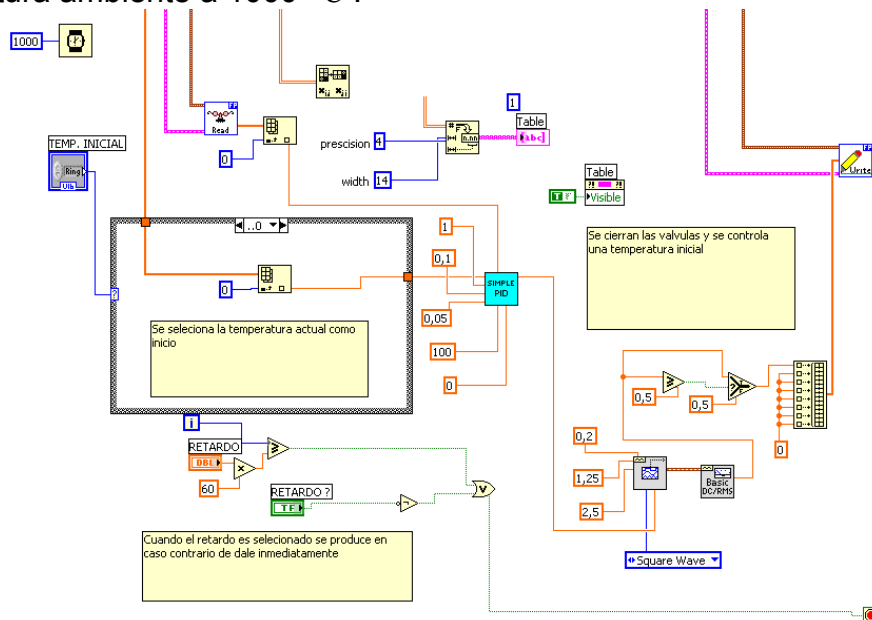


Figura 4.29. Diagrama del ciclo Retardo.

Las salidas en este ciclo son: la señal de control del horno y las señales de control de las válvulas.

4.8.6 INCREMENTO

En el siguiente diagrama se muestra el ciclo de incremento de temperatura, la pendiente de temperatura se logra gracias a que se divide el

valor deseado de temperatura entre el tiempo que se espera esto nos da un incremento, el cual se va sumando a cada minuto, hasta llegar al valor deseado, el control PID va siguiendo este valor en su acción de control.

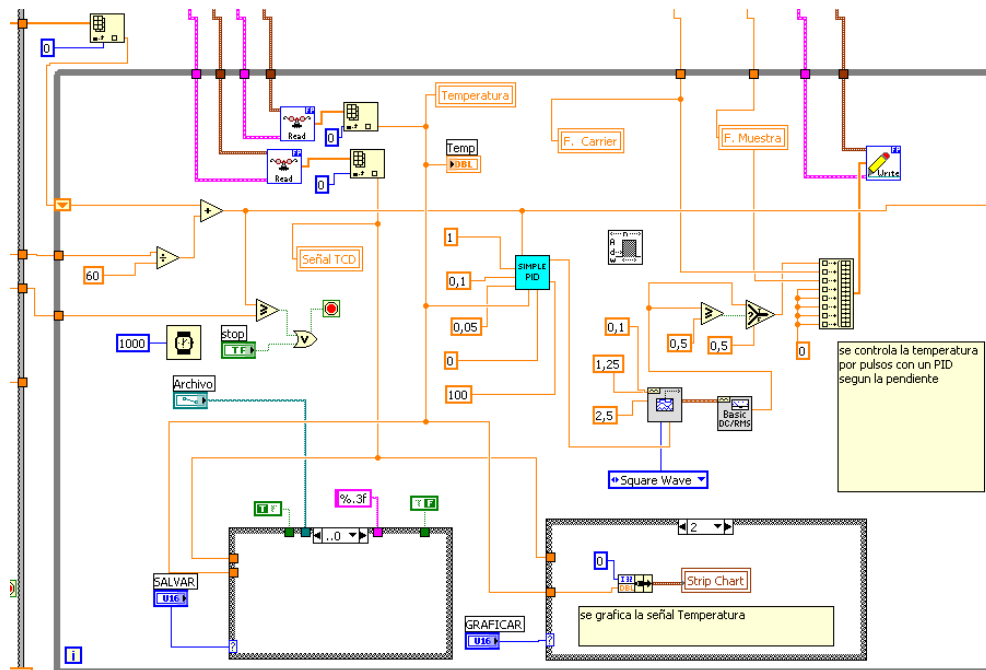


Figura 4.30. Diagrama de Incremento de Temperatura.

En este ciclo también se tienen las salidas de señal que controlan el calentamiento del horno y el flujo en las válvulas de control. En esta configuración no se emplean las válvulas Mult.-vías debido a que se aprovecho el estado de reposo de estas válvulas para generar este experimento.

En este ciclo se tienen las opciones de Salvar y Graficar, ambas opciones se pueden referir a la señal del TCD, a la señal de la temperatura o ambas señales, para controlar estos parámetros se utilizan valores booleanos.

4.8.7 TEMPERATURA CONSTANTE

En la figura siguiente se muestra la programación del ciclo de Temperatura Constante, el cual mantiene el valor deseado de temperatura y este valor se trata de mantener controlado por el PID, en este ciclo como en los anteriores la señal de control del PID es una señal de Ancho de Pulso Modulado (PWM, por sus siglas en ingles, Pulse Modulated Width) y esta señal se manda en el bloque de salida por el canal 0.

En este ciclo también se continua guardando y graficando los datos deseados con los mismos parámetros seleccionados desde un principio.

Con este ciclo se termina la ejecución de este experimento al finalizarlo regresamos al menú principal para ejecutar otro experimento o bien para finalizar.

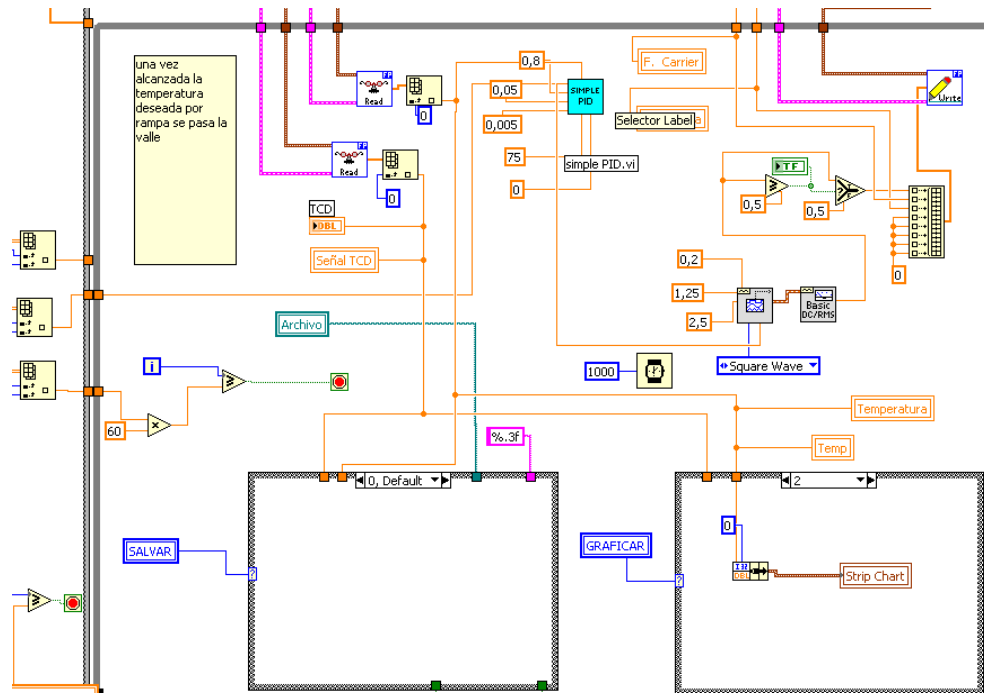


Figura 4.31. Diagrama de Temperatura Constante

4.8.8 PROGRAMA MENÚ

Programa menú se utilizó un ciclo “Event Structure” el cual facilita el llamado de subprogramas, como muestra la siguiente figura 4.32.

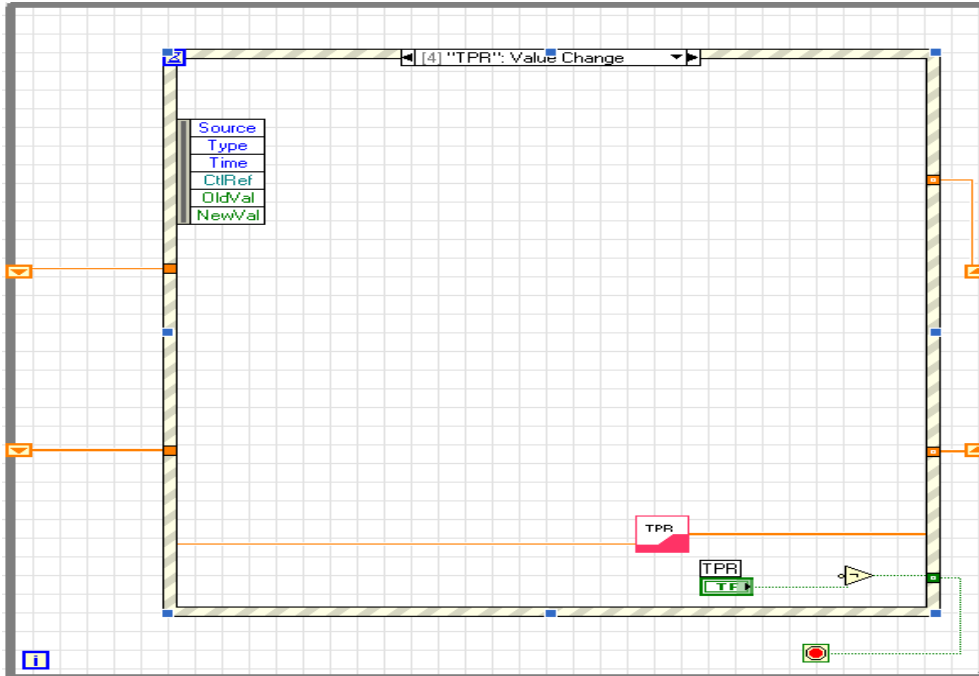


Figura 4.32. Diagrama de Programa Menú.

En este caso se instala el icono del subprograma dentro del Event Structure y se debe de cumplir que cada programa dentro de este ciclo comparta un parámetro con los otros programas para poder estar ligado a la estructura, el ciclo esta continuamente cambiando de acción, cuando se elige el

botón de alguna de ellas el programa se detiene en ese ciclo y el subprograma es llamado, cada subprograma se configura según se requiera.

Para hacer esto nos dirigimos a las propiedades de cada programa y en la opción de apariencias de la ventana se elige custom, y configuramos las opciones de ejecución del subprograma como se muestra en la siguiente figura.

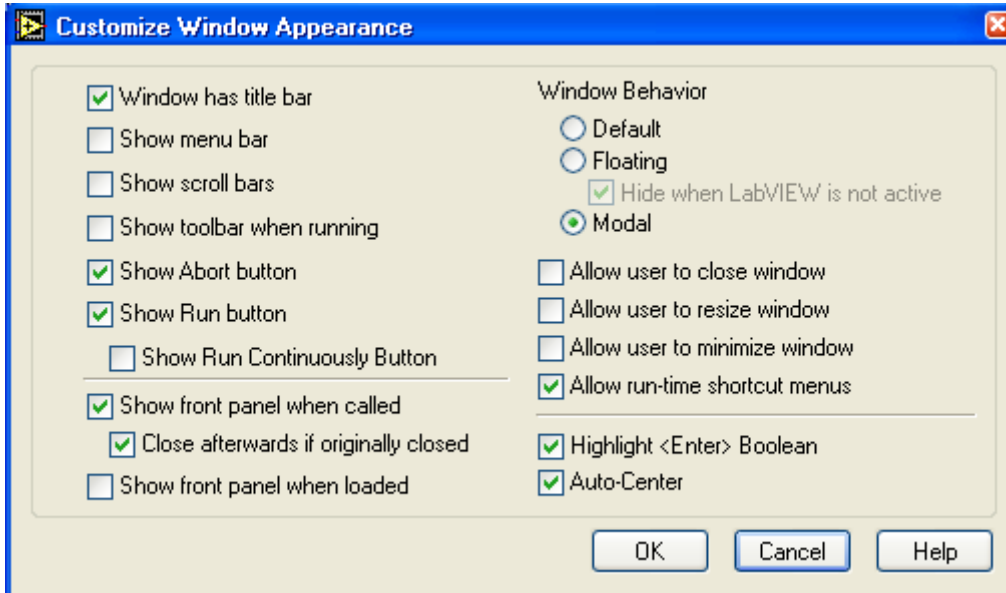


Figura 4.33. Configuración de los programas.

4.9 ETAPA DE POTENCIA

Las señales que se envían para controlar las diferentes válvulas y la temperatura requieren de una etapa de potencia debido a que los bloques de comunicación pueden darnos una amplitud adecuada, por ejemplo para emplear un relevador, sin embargo la corriente que pueden entregar no excede los 20 mA, lo cual nos genera una potencia muy baja, insuficiente para activar algún dispositivo, así que se requiere de una etapa intermedia que nos pueda dar la potencia adecuada para poder activar los diferentes dispositivos.

4.9.1 CONTROL DE VALVULAS

Las válvulas *on-off* (encendido – apagado), se controlan con un voltaje de 3 a 30 V y requieren de una corriente de 100 mA, la señal de control que activa este relevador tiene una señal de corriente máxima de 1 mA, por ello se emplea una etapa darlington [53] en el cual la corriente del colector esta dada por $I_c = I_b \cdot \beta$ donde $\beta = \beta_1 \cdot \beta_2$, las cuales pertenecen al transistor 1 y transistor 2 respectivamente.

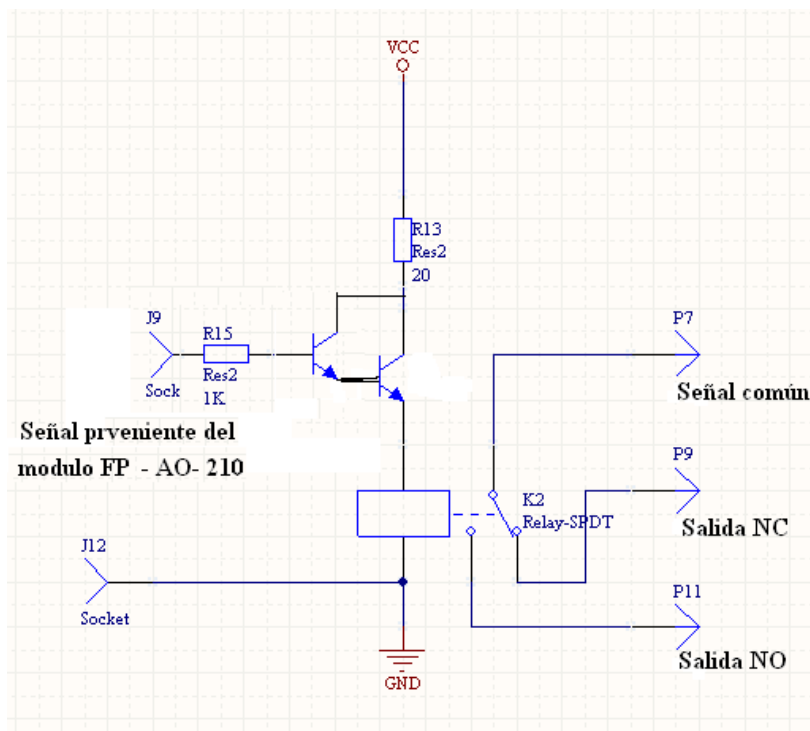


Figura 4.34. Diagrama esquemático etapa de potencia relevadores

La corriente en el colector del transistor se ajusta con la resistencia R13 de tal forma que la corriente en el relevador sea de 100 mA.

$$R13 = \frac{15 - 0.2}{100mA} = 148 \Omega \quad (4.12)$$

4.9.2 VÁLVULAS DE CONTROL DE FLUJO “FC- 260 “

La alimentación de la válvula FC-260 es de 15 V con 5% de tolerancia, lo cual queda dentro de las características de los reguladores de voltaje la serie LM78XX de National Semiconductor [18].

Estas válvulas como se mencionó anteriormente se controlan con una señal de 0 a 5 V, y 120 mA. El módulo de control FP-AO-210 maneja una señal de salida de 0 a 10 V pero con una corriente de 1 mA, por lo tanto es insuficiente para poder operar estas válvulas directamente.

Para poder acoplar ambas señales empleamos una etapa de potencia adicional. La etapa de potencia que utilizamos es un circuito seguidor de voltaje [3]. Para tener la potencia suficiente empleamos un transistor de mediana potencia, el 2N2222, el cual soporta corrientes de hasta 800 mA.

En la figura 4.35, se muestran los diagramas esquemáticos del control de estas válvulas y su alimentación.

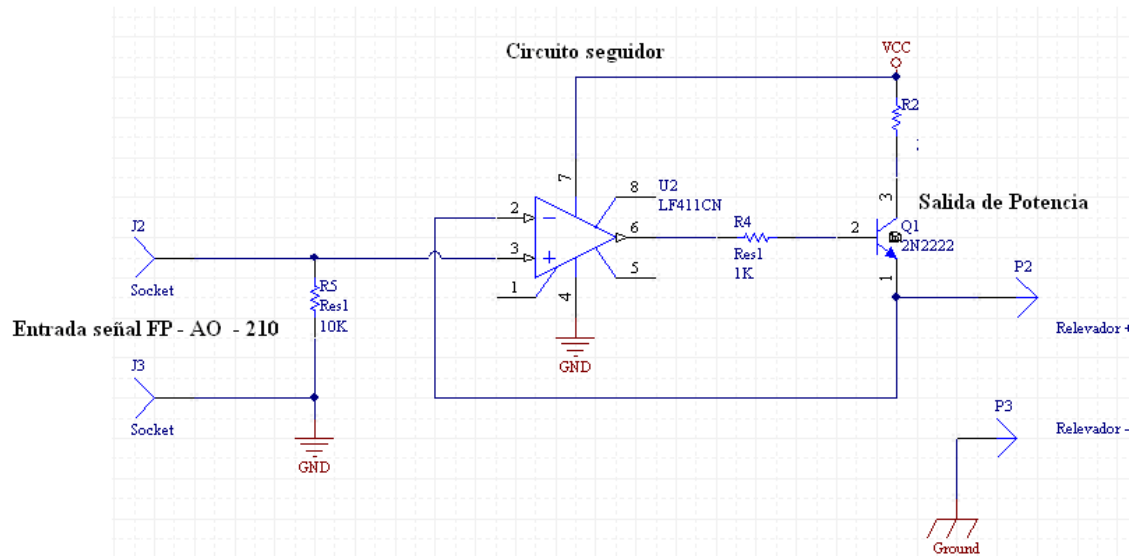


Figura 4.35. Etapa de Potencia para Válvulas Tylan.

Se empleó un amplificador operacional LF411 como seguidor de voltaje el cual tiene una impedancia muy grande de entrada lo que permite mantener el valor de señal de entrada sin pérdidas, el circuito seguidor recibe su nombre debido a que la salida sigue el valor de la señal de entrada, para darle más corriente a la salida se empleó el transistor ya mencionado de esta forma el valor de salida es:

$$V_o = V_e = V_i \quad (4.13)$$

La corriente empleada por esta válvula es de 180 mA por lo que

$$R_2 = \frac{15 - 0.2}{180mA} = 82\Omega$$

4.9.3 CONTROL DEL HORNO

Para controlar el horno se emplea una señal de modulación por ancho de pulso (PWM, por sus siglas en Inglés "Pulse Wide Modulation"), esta señal activará a un triac para alimentar al horno con señal de alterna (127 VAC), para aislar el modulo de salida con la etapa de potencia se emplea un opto-triac MOC 3030, el cual tiene detección de cruce por cero[16], esto ayuda a que no exista señal de picos de corriente y se dañe la carga o esta etapa de potencia. En la figura 4.36 se muestra el diagrama esquemático de este circuito.

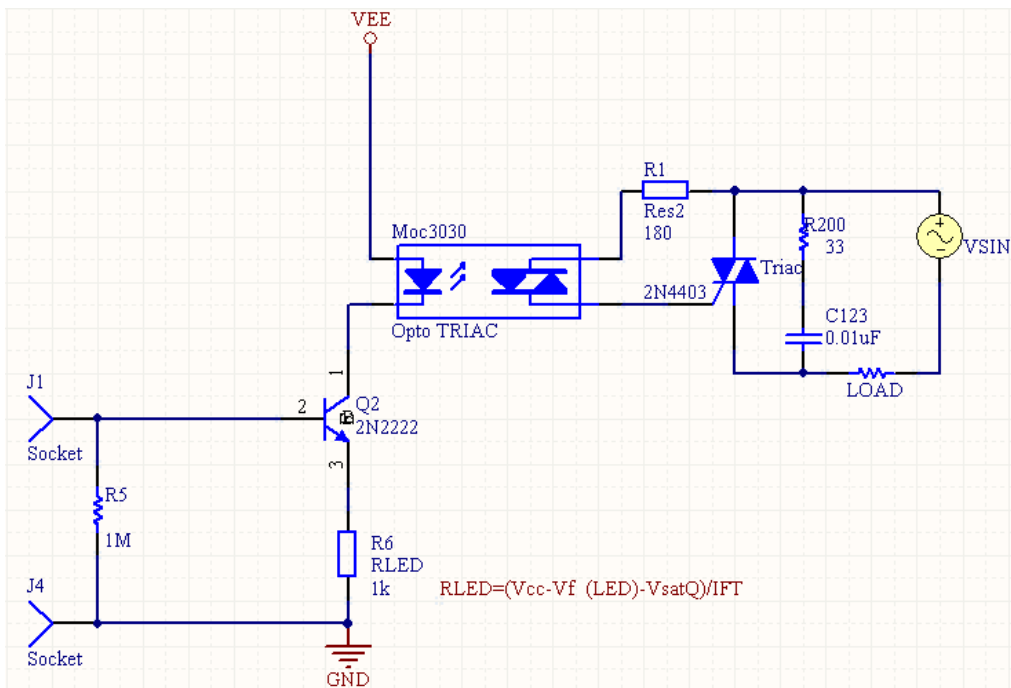


Figura 4.36. Etapa de Potencia de Control de temperatura.

Donde $R_1 = \frac{V_p A_{linea}}{I_{TSM}}$ (4.14)

- Donde $V_p A_{linea}$ es el valor pico del voltaje en corriente alterna de línea y I_{TSM} es el pico de corriente repetitivo, el cual es de 1 A.
- De esta manera tenemos que
- $R_1 = \frac{127VAC * \sqrt{2}}{1} = 179.6 \approx 180\Omega$ El cual es valor comercial más próximo.

También es necesario ajustar el valor de la corriente en el led del optotriac por medio de RLED.

$$R_{LED} = (V_{CC} - V_{FLED} - V_{SATQ}) / I_{FT} \quad (4.15)$$

Donde

- V_{FLED} es el voltaje continuo en el led, el cual tiene un valor típico de 1.15 V.
- V_{SATQ} es el voltaje de saturación del transistor 2N2222, entre el colector y el emisor, el cual tiene un valor de 0.3 V.
- I_{FT} es la corriente requerida para asegurar el encendido del diodo, su valor máximo es de 15 mA.

De esta manera tenemos que:

$$R_{LED} = \frac{15 - 1.15 - 0.3}{15mA} = 903 \approx 1K\Omega$$

La señal del PWM activa al opto- Triac y a su vez éste al Triac MAC223 que soporta una corriente de 25 A, lo suficiente para encender el Horno que consume una corriente nominal de 4 A y una corriente pico de 6 A, R200 y C123 nos ayudan a disminuir el ruido.

4.9.4 CIRCUITO COMPLETO.

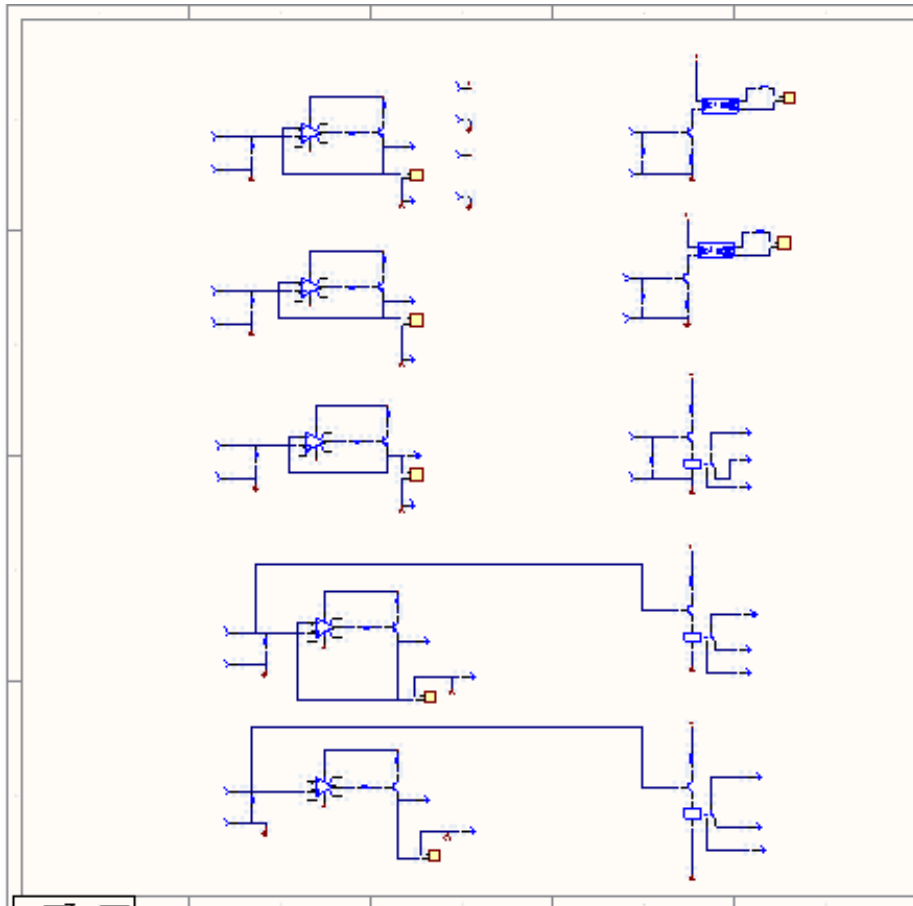


Figura 4.37. Etapas de potencia para los diferentes Dispositivos del Sistema

El circuito impreso del esquemático anterior se muestra en la figura 4.38 el cual se elaboro en Protel 98.

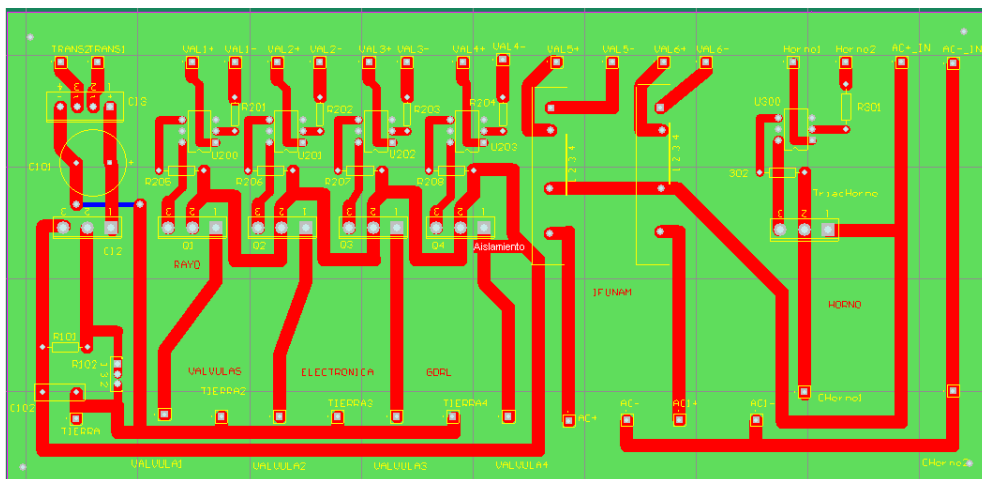


Figura 4.38. Circuito Impreso de la Etapa de Potencia

El circuito físico se muestra en la figura 4.39, se encuentra instalado de forma provisional en donde se ven las conexiones de las señales de entrada y salida de la etapa de potencia.

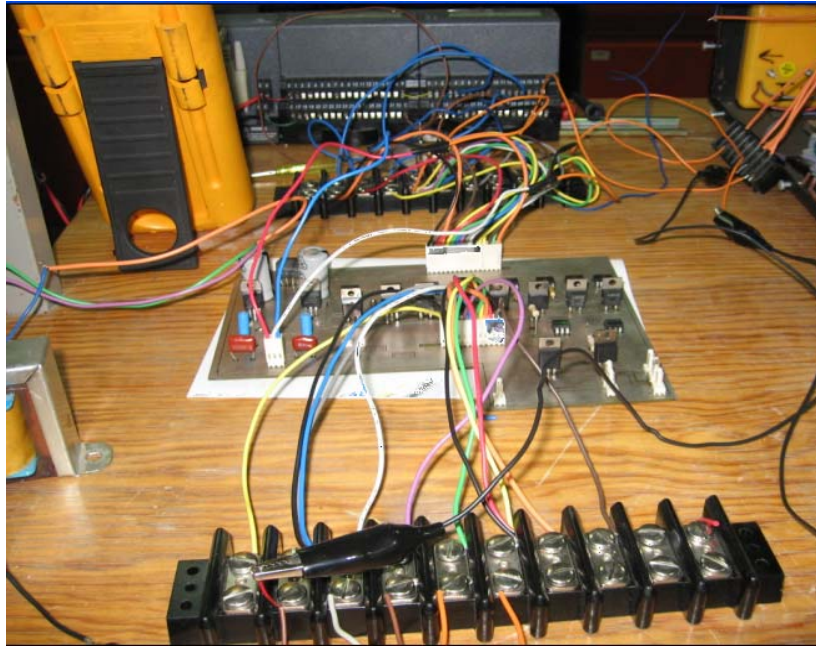


Figura 4.39. Circuito Completo.

4.5 COMENTARIOS

En este capítulo se conjuntó todo el trabajo que se ha venido realizando, de tal forma que se ha logrado implementar los experimentos ya controlados por la computadora personal mediante el programa. La automatización del control de flujo se ha probado en partes ya que no se cuenta con todos los dispositivos necesarios aun, sin embargo podemos realizar ya las pruebas de los experimentos en tiempo real.

En el capítulo 5 mostraremos los resultados obtenidos hasta este momento así como el ajuste de los controles.

Capítulo 5

PRUEBAS Y RESULTADOS

5.1 PRUEBA Y AJUSTE DEL CONTROL PID.

Con los valores del PID, obtenidos en el capítulo 4, se realizó un experimento para alcanzar la temperatura de 400 ° C, permanecer en esa temperatura 20 minutos y después aumentar a 600 ° C y permanecer ahí por 20 minutos más, los resultados de este experimento se muestran en la figura 5.1.

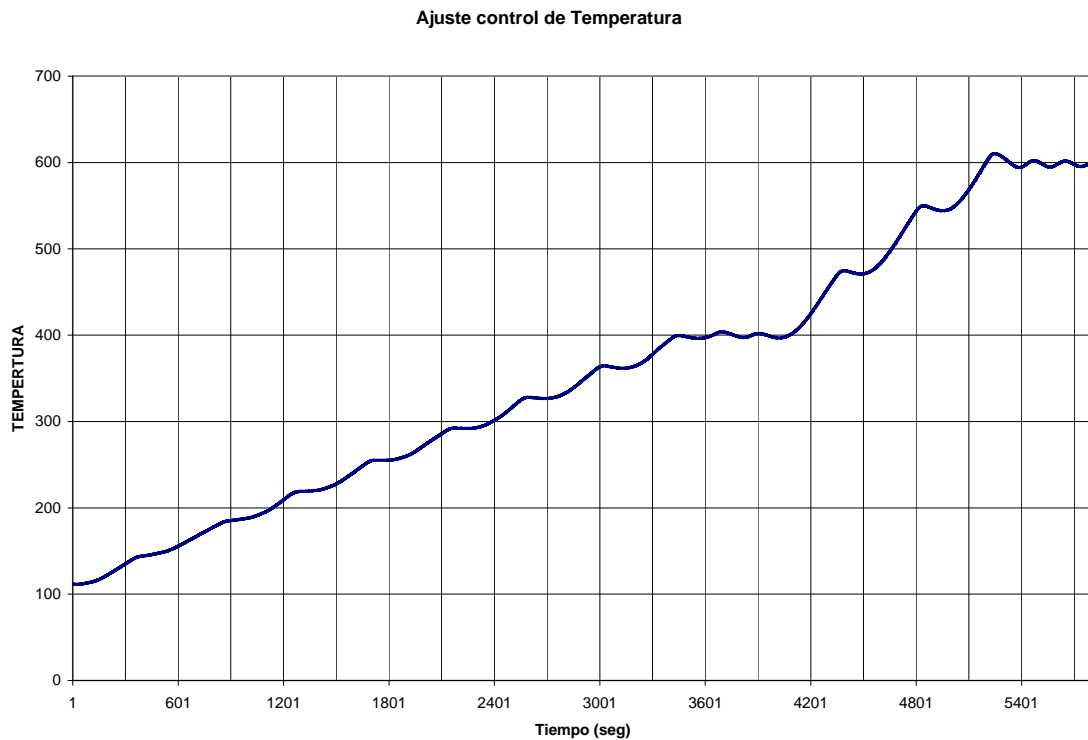


Figura 5.1. Respuesta del horno con PID y constantes $K_p = 100$, $T_i = 50$ y $T_d = 100$.

En la figura se observa que la acción de control es muy notoria, no tiene sobrepasos importantes pero oscila (inestable), para eliminar estas oscilaciones es necesario hacer un ajuste.

Este ajuste se basa en los parámetros del control PID primero se decidió separar la acción de control, de tal modo que se emplean dos controles PID con diferentes constantes, un PID para la pendiente y un PID diferente para el valle, para encontrar estas constantes es necesario hacer el ajuste basados en la acción que ejerce cada acción de control.

Por ejemplo para corregir esta oscilación es necesario hacer más rápido al sistema, por lo que la primera acción es aumentar la acción Integral y disminuir la acción derivativa.

De esta forma se encuentran los siguientes valores que probaron ser los más adecuados:

$$P = 50, T_i = 55 \text{ y } T_d = 80 \text{ para la pendiente y}$$

$$P = 58, T_i = 45 \text{ y } T_d = 120 \text{ para el valle}$$

Los resultados se presentan en la figura 5.2, donde se observa la pendiente de elevación de la temperatura ambiente hasta 800 °C, la pendiente de elevación es de 5 °C/min. En la gráfica se demuestra esta pendiente tomando una diferencia de 100 °C/min.

A 100 °C estamos en el segundo 995 y en la temperatura de 200 °C estamos en el segundo 2204, por lo que: $2204 - 995 = 1209 \text{ seg.} = 20.15 \text{ minutos}$, estos 9 segundos nos generan un error en la pendiente de:

$$9(0.833) = 0.75 \text{ °C}$$

800 a 5C/min

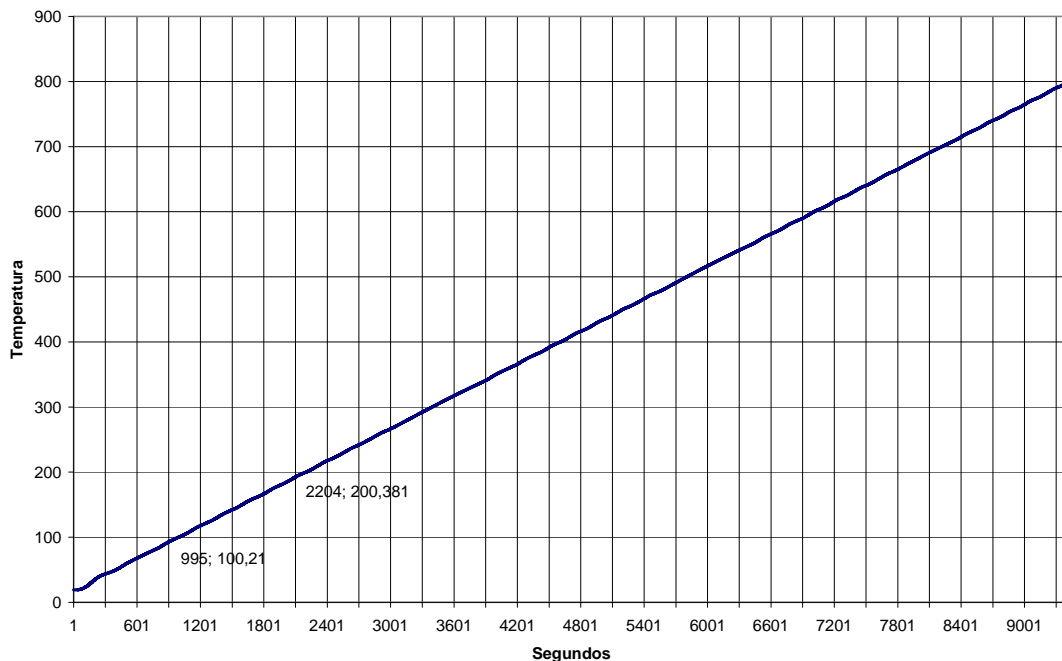


Figura 5.2. Pendiente de Temperatura a 5 °C/min.

Un experimento más se realizó con una pendiente de 10 °C/min. Como lo muestra la figura 5.3, al igual que en el caso anterior se demuestra tomando 2 puntos de referencia.

Como observamos en esta figura la pendiente se hace menor al aproximarse a los 800 °C, este efecto no se pudo eliminar sin sacrificar la estabilidad del sistema.

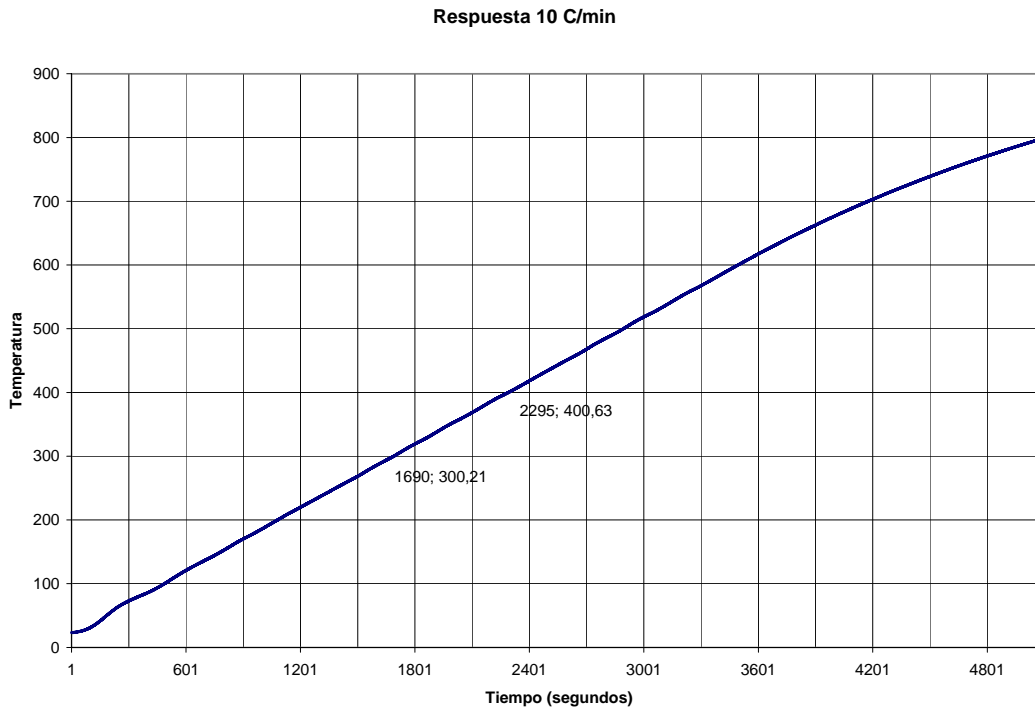


Figura 5.3. Pendiente de Temperatura a 10 °C.

De estos dos puntos tenemos que: $2295 - 1690 = 605$ lo cual nos da un error de 5 °C pero si consideramos los segundos también en los cuales se tomaron los puntos nos da una diferencia de:

$63 - 21 = 42$ segundos de los cuales según la pendiente seleccionada el incremento por segundo sería de $\frac{10^{\circ}\text{C}}{60\text{seg}} = 0.1666 \frac{\text{°C}}{\text{seg}}$

Lo que nos queda como $42(0.1666) = 7$ grados, así que $607 - 605 = 2$

Así que la el error es de 2 °C

En la figura 5.4, se observan estas dos gráficas junto con la curva de reacción del horno empleada anteriormente, aquí se ve claramente como el control modifica la respuesta del horno.

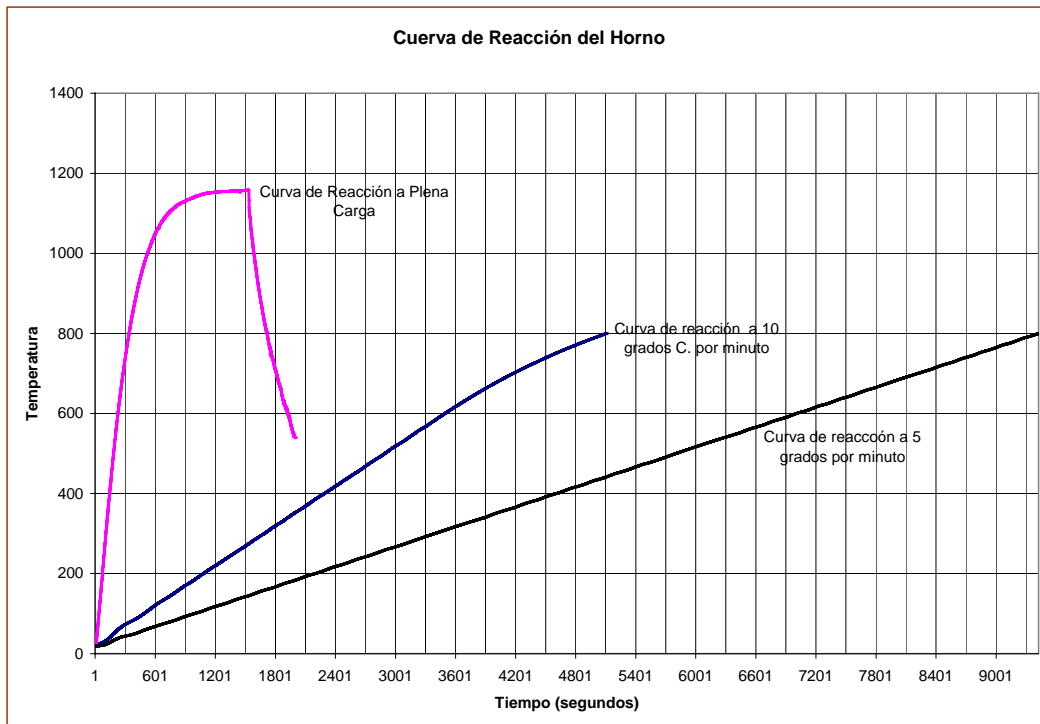


Figura 5.4. Respuesta del sistema controlado y no controlado.

Con el experimento TPR realizamos una prueba del control de temperatura, para que observemos el control en los valles a diferente temperatura

Como se ve en la tabla de control en la figura 5.5, se han seleccionado 4 pendientes para llegar a 100, 200, 400 y 600 ° C las dos primeras son a 5 ° C/min. y las 2 últimas a 10 ° C/min el horno mantendrá cada temperatura por 45 minutos.

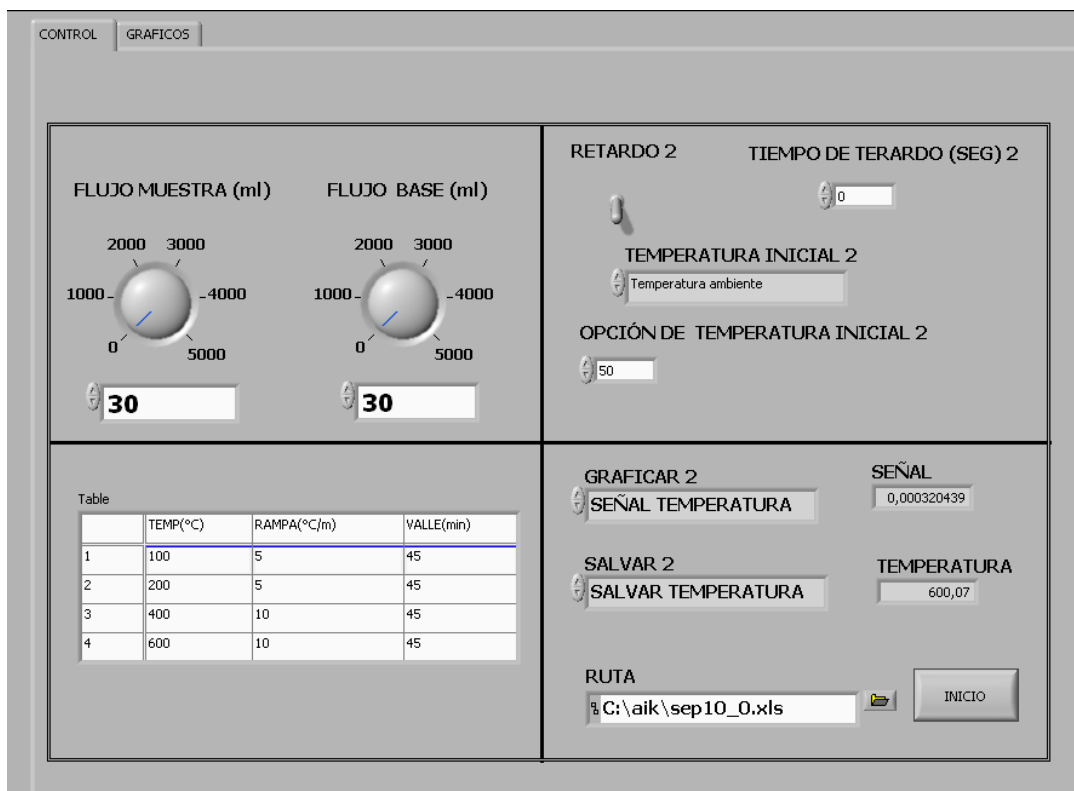


Figura 5.5. Panel frontal del experimento TPR.

Los resultados de este experimento se muestran en las figura 5.6 y 5.6.B, en una hoja de calculo Excel se han graficado los datos almacenados por el programa en C:\aik\sep10_0.xls.

Como se puede observar la pendientes para alcanzar cada temperatura corresponde al valor deseado, sin embargo, también observamos un comportamiento de sobrepaso en bajas temperatura como en 100 °C, este sobrepaso disminuye en altas temperaturas.

Este sobrepaso fue el precio de eliminar las oscilaciones, debido a que el sistema es más rápido y tiene mayor inercia que cuando era más lento (figura 5.1).

A pesar del sobrepaso podemos observar que la temperatura se mantiene constante en todo el valle, una vez superado el sobrepaso, con una variación máxima de 2 °C a bajas temperaturas y 1 °C a partir de 200 °C.

La eliminación de dicho sobrepaso fue imposible sin sacrificar la estabilidad o la separación del valor deseado en el valle, los valores del control PID pertenecientes al valle son:

$$P = 58, T_i = 45 \text{ y } T_d = 120$$

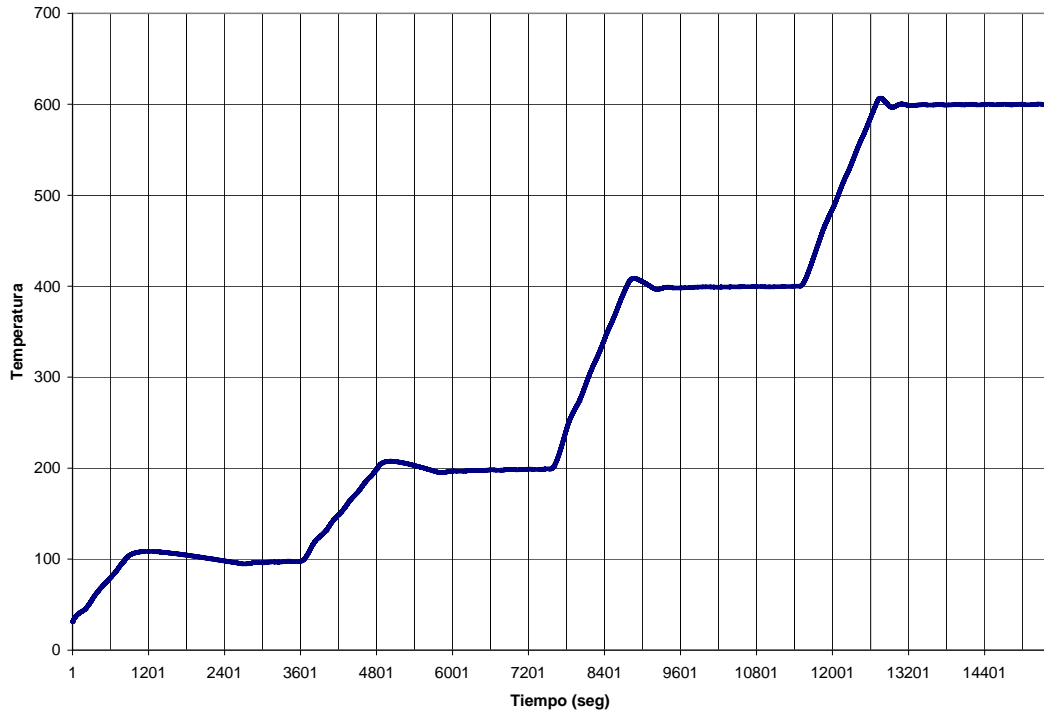


Figura 5.6 Respuesta del experimento TPR.

Para poder apreciar el error sin revisar tantos datos se hace una comparación gráfica entre de la rampa de calentamiento ideal y la real en la figura 5.6.B.

Comparación de Pendientes

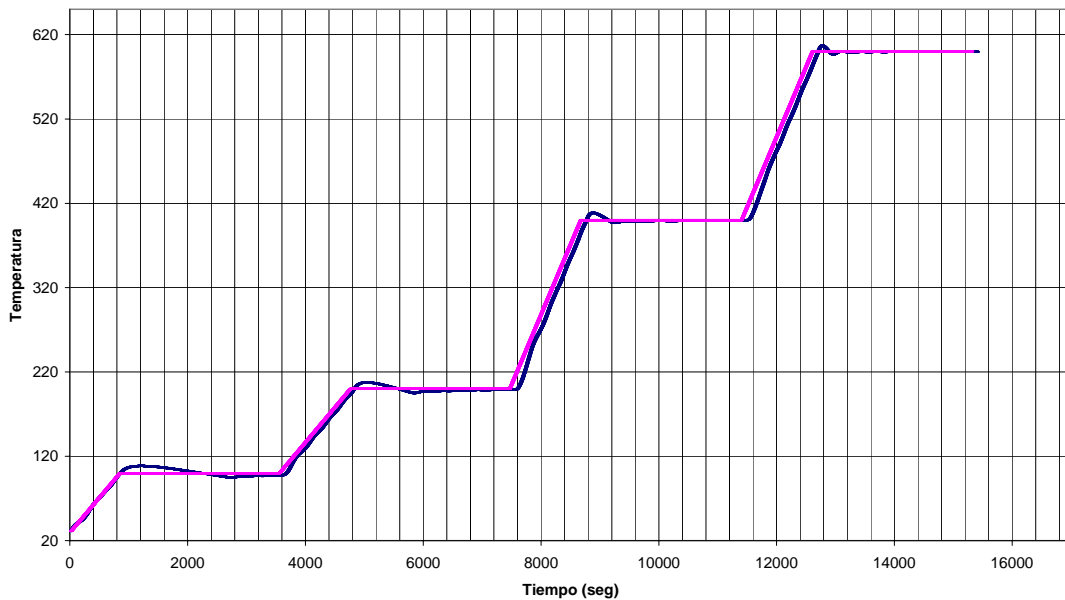


Figura 5.6.B, Comparación pendiente ideal y pendiente real.

Hasta aquí hemos mostrado los resultados del control de la temperatura en el horno empleando el control PID dentro del programa, con esto se ha obtenido una mejora al sistema hasta ahora empleado, debido a que el actual

emplea el control de temperatura externo a la programación del resto del sistema.

5.2 PRUEBA DEL EXPERIMENTO BET

Los resultados de este experimento se presentan a continuación. Se muestran las señales captadas por el detector TCD, el osciloscopio y la señal guardada por el programa y posteriormente graficada con Excel.

La figura 5.7, muestra la señal del TCD, podemos observar que fue necesario tener un periodo muy grande (20 Seg./Div.) para poder captar la respuesta completa.

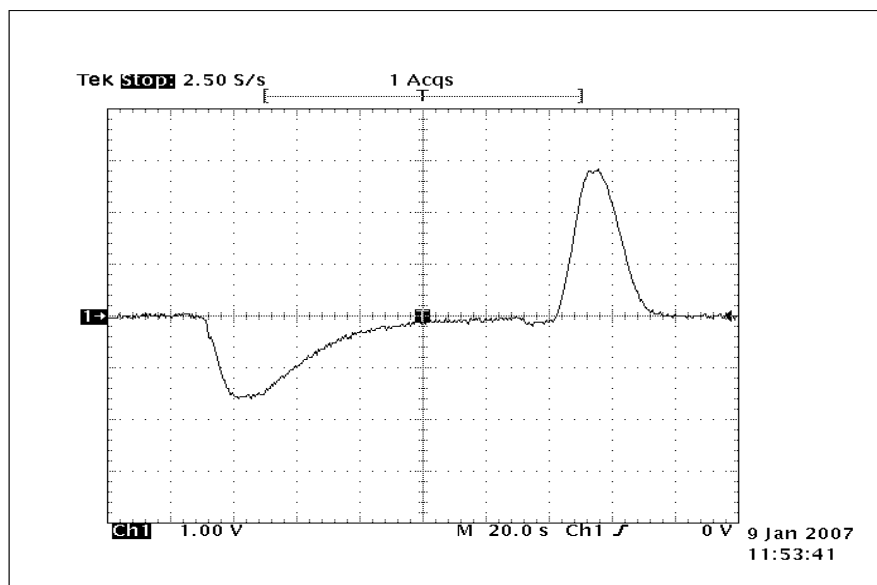


Figura 5.7. Señal del Experimento BET, medida del TCD con el osciloscopio.

A continuación en la figura 5.8, podemos ver una gráfica de los datos capturados en el mismo experimento en tiempo real, estos datos se guardaron en EXCEL de esa forma se pueden procesar fácilmente.

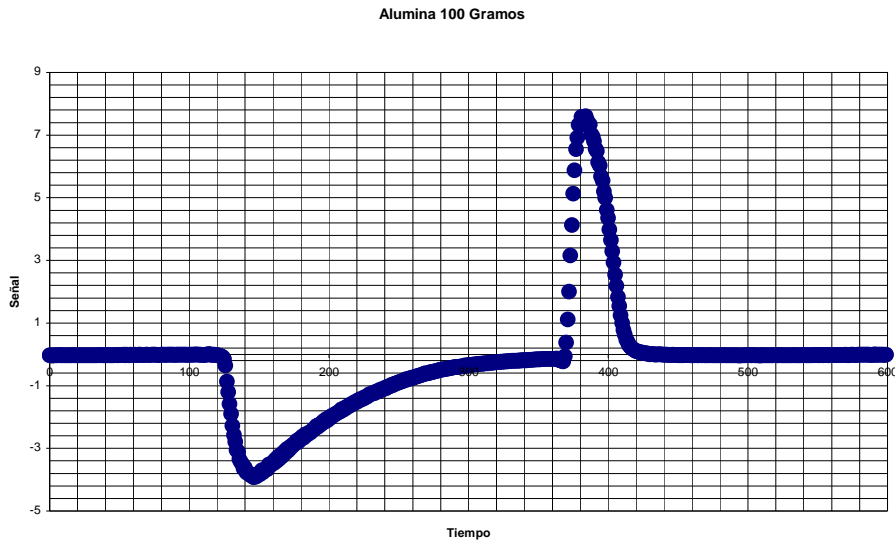


Figura 5.8. Señal de Experimento BET mediante Programa Prueba en Excel.

La gráfica muestra el resultado del experimento BET, en el cual se empleo 10 gramos de alumina, la gráfica muestra la señal de adsorción y desorción del gas. Podemos observar también que esta señal es similar a la captada anteriormente con el osciloscopio, lo cual nos demuestra que los datos obtenidos son congruentes.

Otro experimento BET, fue con el propósito de hacer una comparación en la amplitud de la señal al aumentar la cantidad de alumina 10 veces, observamos en figura 5.9, que los datos guardados muestran esta diferencia.

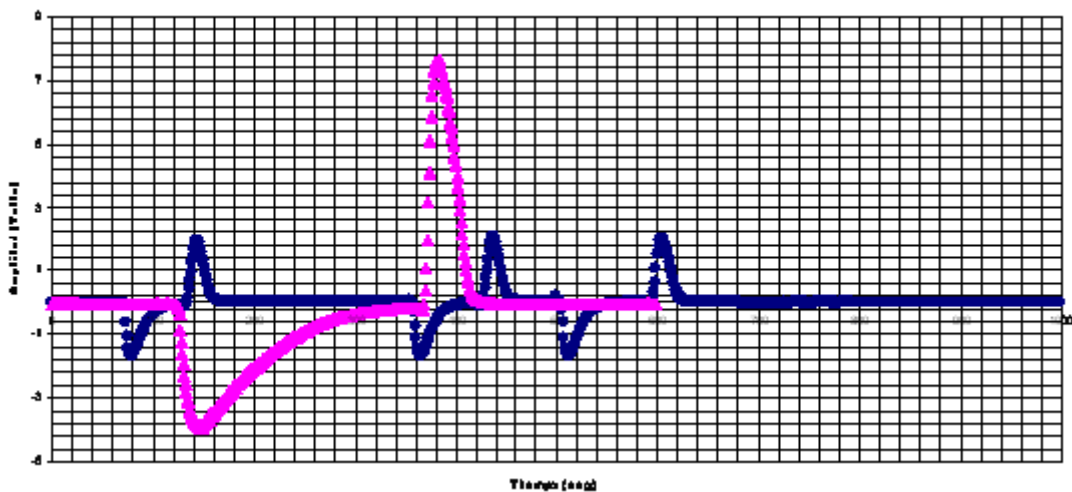


Figura 5.9. Comparación de Experimentos BET con Alumina 10 y 100 mg.

5.3 PRUEBA DEL EXPERIMENTO DE PULSOS.

Este experimento requiere de la coordinación de las válvulas multi-vías para el manejo de los flujos como ya se ha explicado anteriormente, los resultados obtenidos en este experimento se muestran a continuación.

Al generar los pulsos primero medimos la señal con un osciloscopio en las figuras 5.10 y 5.11 se muestran las señales captadas por el osciloscopio a diferente amplitud y a diferente periodo de tiempo.

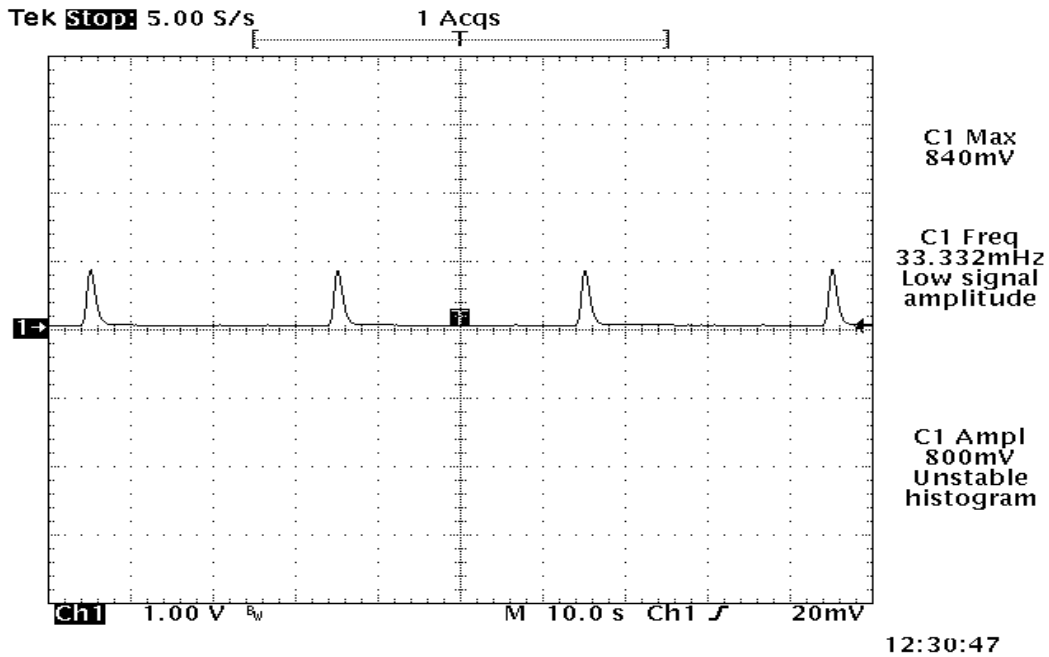


Figura 5.10. Señal del experimento PULSOS captado por el osciloscopio del TCD.

Se ajustan las escalas de la amplitud y tiempo para tener una mejor apreciación de la señal tal como se muestra en la figura 5.9.

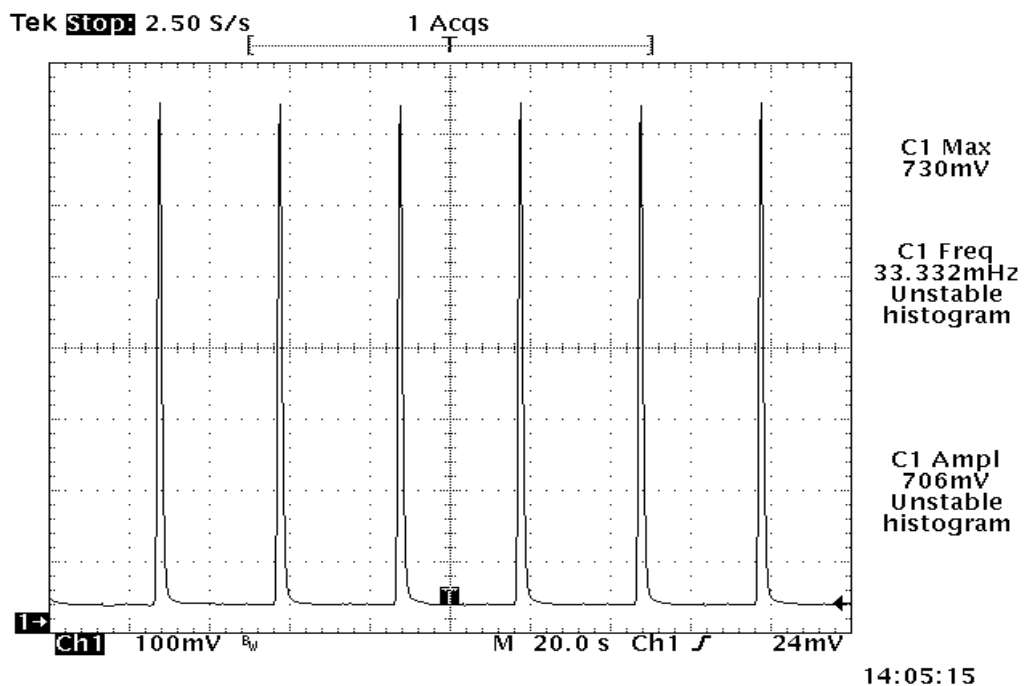


Figura 5.11. Ajuste de la señal TCD.

En la figura 5.12, se muestra el panel frontal del programa PULSOS con la señal de los pulsos en su ventana de análisis.

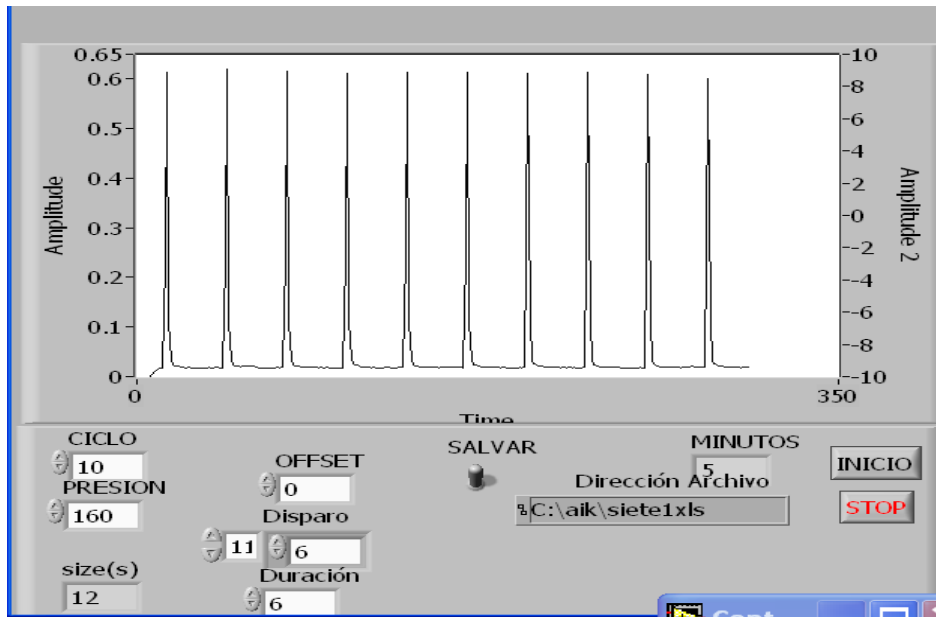


Figura 5.12. Experimento PULSOS.

Las figura 5.13, muestran el efecto de la señal offset en tiempo real donde vemos que podemos ajustar el valor base del experimento.



Figura 5.13. Efecto de la señal offset.

En la figura 5.14, muestra un análisis de los pulsos utilizando el programa de análisis matemático "Origin".

El grupo de Catálisis, calcula el área bajo la curva de cada uno de los pulsos y la suma, obteniendo el área total adsorbida.

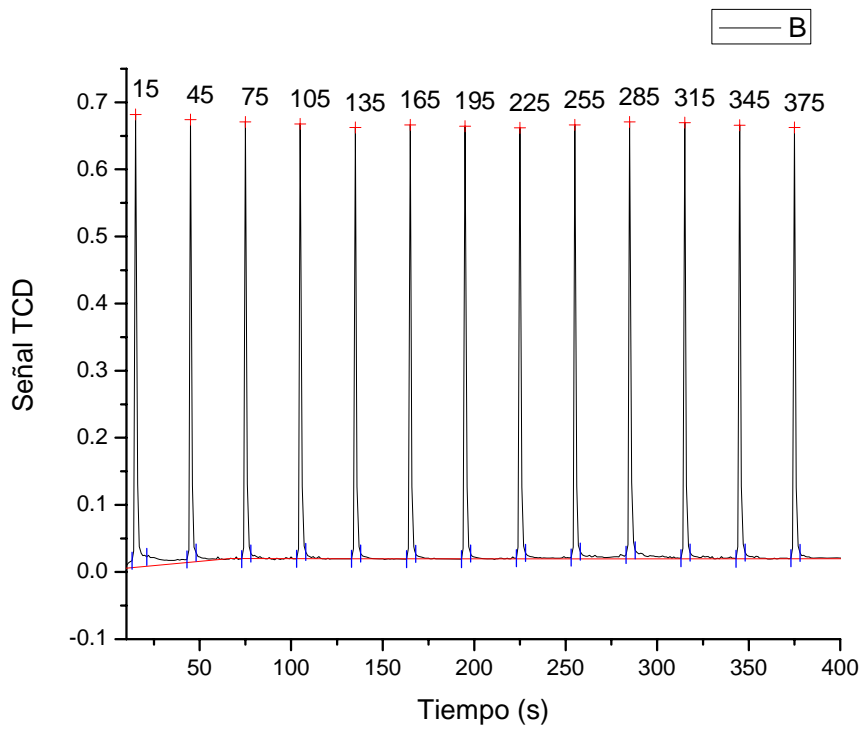


Figura 5.14. Pulsos analizados en Origina.

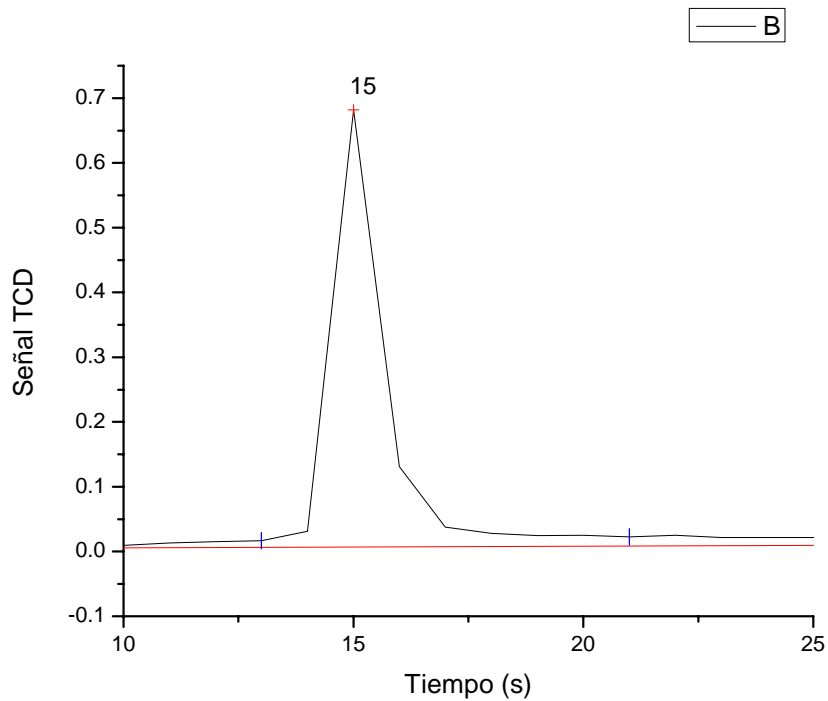


Figura 5.15. Pulso Generado con Equipo Multitareas Analizado en Origin.

Peak	Area	Center	Height
Peak 1	0.9361	15	0.67512
Peak 2	0.83514	45	0.6598
Peak 3	0.80498	75	0.65049
Peak 4	0.80248	105	0.64817
Peak 5	0.79462	135	0.64298
Peak 6	0.79783	165	0.64677
Peak 7	0.79485	195	0.64453
Peak 8	0.79806	225	0.64228
Peak 9	0.80714	255	0.64671
Peak 10	0.83161	285	0.65113
Peak 11	0.80514	315	0.64984
Peak 12	0.8055	345	0.64601
Peak 13	0.79506	375	0.6425

Figura 5.16. Área de cada pulso en Origin.

Donde podemos obtener algunas características de nuestro sistema ya que estamos manejando datos experimentales y cada pulso se realizó en las mismas condiciones y a diferencia de otros experimentos aquí la muestra no se somete a temperaturas modificando su estructura considerándose que tenemos en cada pulso la misma muestra (catalizador).

Media = $x_m = 0.650$

La Desviación estándar es:

$$\sigma = \left[\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - x_m)^2}{n - 1} \right]^{1/2} \quad \text{EC. 5.1}$$

Numero	$(x_i - x_m)$	$(x_i - x_m)^2$
1	.02512	0.000631
2	0.0098	0.000096
3	0.00049	0.00000024
4	-0.00183	0.000003348
5	-0.00702	0.00004928
6	-0.00323	0.000010432
7	-0.00547	0.00002992
8	-0.00772	0.000059598
9	-0.00329	0.000010824
10	-0.00113	0.000001276
11	-0.00016	0.000000025
12	-0.00399	0.00001592

13	-0.0075	0.00005625
----	---------	------------

$$\sigma = 0.00896$$

Lo cual muestra que los valores tienen una desviación estándar considerablemente aceptable dentro de los experimentos.

5.4 PRUEBA EXPERIMENTO TPR

En la siguiente figura se muestran los datos de dos experimentos; el primero se realizó en el equipo comercial RIG- 100 y el segundo en el sistema en desarrollo.

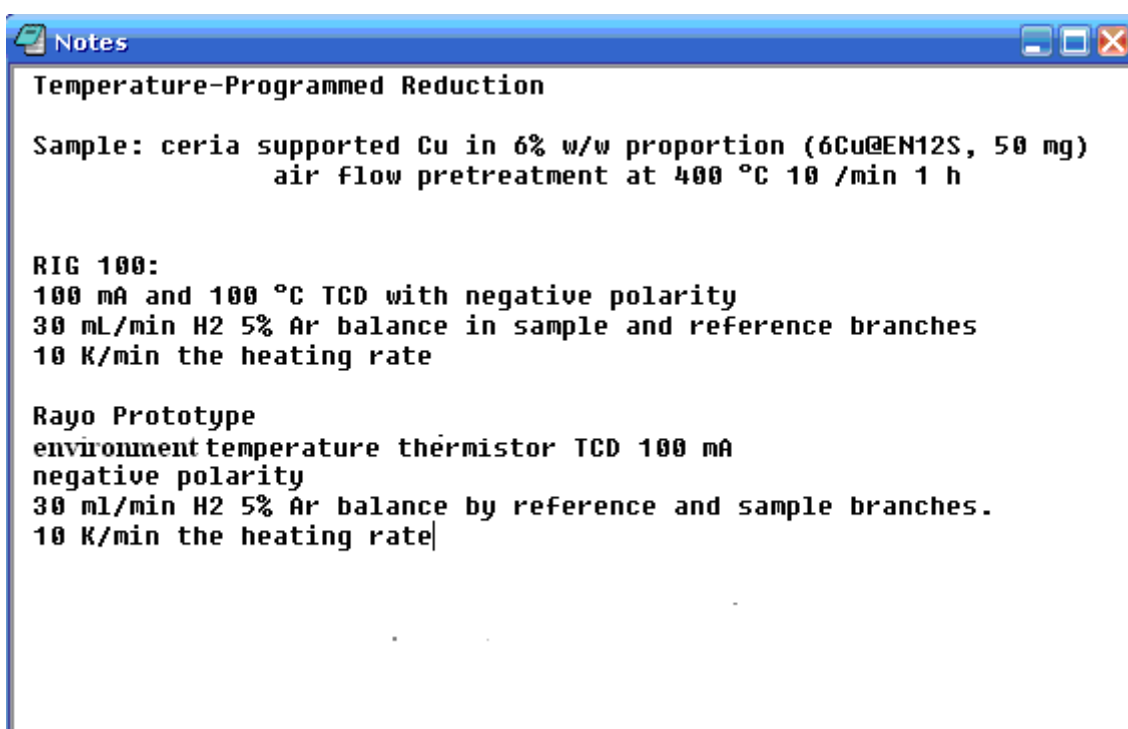


Figura 5.17. Condiciones de Experimento TPR, Análisis en Origin.

Como se muestra en esta nota del programa Origin los experimentos se realizaron en las mismas condiciones.

El catalizador empleado es un catalizador de óxido de cobre en óxido de cerio. El protocolo de pre-tratamiento consiste en someter al sólido a una rampa de temperatura programada de 10 ° C/min hasta alcanzar 400 ° C y permanecer ahí por una hora. En todo este proceso el catalizador se mantiene expuesto a un flujo de aire de 30 ml/min. Una vez que se termina este proceso de calentamiento, el sólido se enfría hasta temperatura ambiente en un flujo de gas Argón de 30 ml/min. Posteriormente el sólido es calentado de temperatura ambiente hasta 800 ° C con una rampa de calentamiento de 10 ° C/min en presencia de un flujo de gas reductor (mezcla de Ar/H₂).

En la figura 5.18 se presenta en forma comparativa los resultados de este experimento obtenidos con el equipo comercial Rig – 100 y el equipo multitareas desarrollado. La gráfica se muestra con la señal del TCD como amplitud contra el tiempo. El cálculo del área bajo la curva se realizó utilizando

el programa Origin. Se observa que el área obtenida con el equipo RIG-100 es de 8256.7 unidades mientras que el área obtenida con el equipo desarrollado es de 58743.7 unidades. Si consideramos que la resolución en una imagen indica cuanto detalle puede observarse en esa imagen, entonces vemos que la resolución es mejor en el equipo multitareas debido a que tiene mayor amplitud en cada componente de la señal.

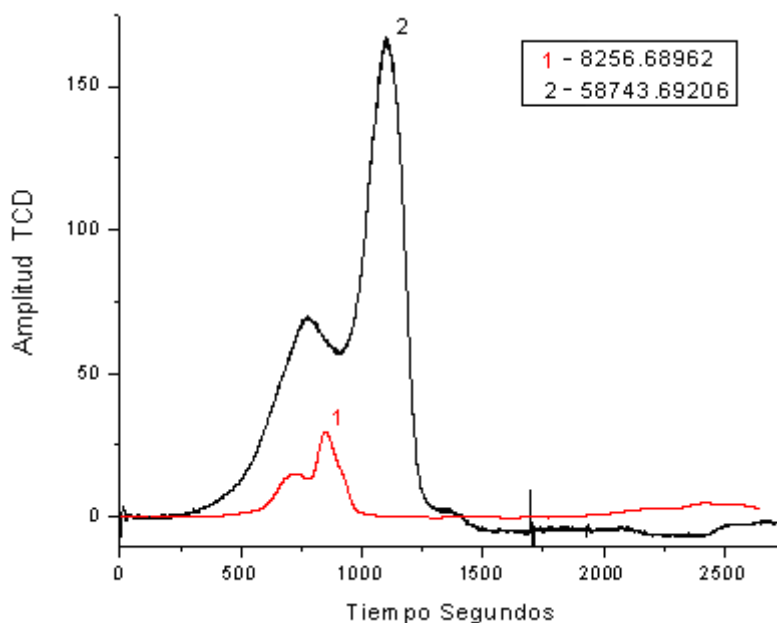


Figura 5.18. Respuesta de Experimento TPR, Equipo RIG-100 y Equipo Multitareas.

Anteriormente se mencionó la resolución del equipo FP-AI-110, de $380 \mu V$ para un intervalo de medida de -10 a 10 v. Sin embargo considerando que la señal proveniente del TCD es amplificada con una ganancia de 100, antes de ser leída por el modulo FP-AI-110, se tiene entonces que la resolución final es de:

$$\text{Resolución} = \frac{380 \mu V}{100} = 3.8 \mu V \text{ lo cual mejora considerablemente esta}$$

resolución.

Para fines ilustrativos aquí se muestra una gráfica como resultado, sin embargo se han realizado varias pruebas, en las que el sistema ha mostrado tener precisión en cuestión de repetir el experimento, sin embargo es necesario considerar que un catalizador se va modificando su estructura cada vez que es sometido a una temperatura y que cada prueba con el mismo catalizador va cambiando su respuesta. Al emplear otro catalizador se presentan problemas de la forma de preparación, su masa y hasta que ocupe una posición similar al catalizador anterior, el tipo de superficie, etc. todo ello nos va modificando los resultados obtenidos de un experimento a otro.

A continuación se muestran las implementaciones del equipo multitareas.

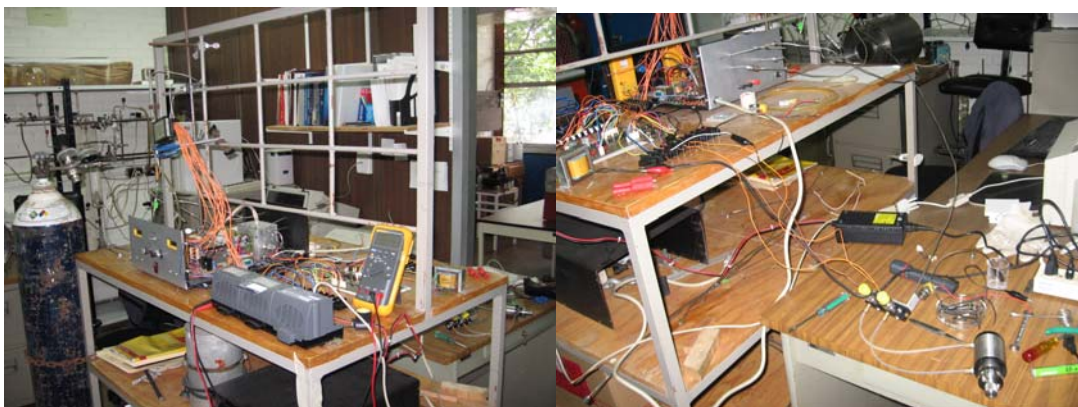


Figura 5.19. Implementación de primeras pruebas del "Equipo Multitareas".



5.20. Implementación del equipo multitareas en el Laboratorio de Catálisis IFUNAM



Figura 5.21. Equipo Multitareas.

CONCLUSIONES

El desarrollo de este equipo ha sido un reto considerable, principalmente porque se trataba de igualar y, en el mejor de los casos, mejorar un equipo comercial, importado de Estados Unidos que son considerados de los mejores en la construcción de instrumentación especializada en el tipo de procesos catalíticos. Por ese motivo es muy satisfactorio lo hasta aquí logrado en su desarrollo y resultados.

El desarrollo de este equipo destaca debido a que actualmente vivimos dependiendo de la instrumentación creada en otros países, lo cual genera una dependencia en nuestro desarrollo y podría considerarse también una limitación.

Las características del equipo multitareas desarrollado son:

- Sensibilidad de $\frac{0.1V}{mV}$
- Resolución de $3.8 \mu V$
- Exactitud de $\pm 0.18\%$
- Intervalo de medida de -100 mV a 100 mV provenientes del TCD.
- Offset de salida de $1050 \mu V = 1.05 mV$
- Ancho de Banda AB = 170 Hz

El análisis térmico se basa en el estudio de las graficas obtenidas, así que al tener una mayor amplitud de la señal, esté estudio se ve beneficiado. Como se pudo comparar en el experimento TPR, esta amplitud es muy superior a la entregada por el equipo comercial RIG- 100, la diferencia de esta señal es de 50,487 unidades, con lo cual podemos concluir que en el análisis grafico es mejor con nuestro equipo.

Otra ventaja considerable radica en el hecho de contar con el control de temperatura dentro del mismo proceso, ya que ayuda a reducir errores operativos además con este control, el operador puede realizar varias rampas de temperatura dentro del mismo experimento, lo cual hace más dinámico al equipo desarrollado en comparación al comercial. La precisión de este control de temperatura depende mucho el valor de temperatura al que va a controlar pero el error más crítico se registro a baja temperatura (100 °C) donde el error fue de 3 °C lo que da un 3%.

La ventaja tal vez más esperada es la disminución en el costo del equipo y efectivamente su costo disminuyo un 50 % con los dispositivos utilizados hasta el momento, lo cual es muy significativo cuando se cuenta con poco presupuesto, además considerando que el mantenimiento e instalación no depende de personal externo, su costo disminuye aun más.

Las mejoras que se le pueden dar al equipo multitareas son:

- En primer lugar, el cambio de las válvulas manuales por las válvulas electrónicas, esto sería muy fácil ya que el sistema ya genera la señal que controla a estas válvulas y solo es necesario reemplazarlas, una vez adquiridas, con esto el sistema sería totalmente automático, aunque aumentaría su costo, pero sin alcanzar el de los equipos comerciales.
- Otra mejora más es con respecto al análisis de la señal obtenida, ya que se puede evitar exportar los datos a *Origin* y obtener el valor de su área desde el mismo programa.
- Considerar las sugerencias de los usuarios para el manejo del programa y sistema.
- También es recomendable concluir la implementación del gabinete que contendrá a todo el sistema y que se ajusta a las necesidades de éste y del operador.

Las aplicaciones con este equipo al momento actual están bien dirigidas a las necesidades descritas, sin embargo como se menciono anteriormente, el diseño permite incrementar las aplicaciones con la instalación del analizador del CO₂ y el espectrómetro de masas, entre otras.

GLOSARIO DE TERMINOS

Física de superficies: Se refiere a la interfase que separa dos fases de propiedades distintas y estudia las propiedades físicas de esta interfase.

Cinética-química: La cinética química es un área de la fisicoquímica que se encarga del estudio de las velocidades de reacción, cómo cambian las velocidades de reacción bajo condiciones variables y qué eventos moleculares se efectúan durante la reacción general.

Fase: Se denomina fase a cada una de las partes macroscópicas de composición química y propiedades físicas homogéneas que forman un sistema, las principales fases a las que podemos referirnos son las que separan a los gases, sólidos y líquidos.

La química orgánica: La química orgánica o química del carbono es la rama de la química que estudia una clase numerosa de moléculas que contienen carbono formando enlaces covalentes carbono-carbono o carbono-hidrógeno, también conocidos como compuestos orgánicos.

Física del estado sólido: La física del estado sólido estudia las propiedades físicas de los materiales sólidos utilizando disciplinas tales como la mecánica cuántica, la cristalografía, el electromagnetismo y la metalurgia física.

La ciencia de materiales: La ciencia de materiales es un campo multidisciplinario que estudia conocimientos fundamentales sobre las propiedades físicas macroscópicas de los materiales y los aplica en varias áreas de la ciencia y la ingeniería, consiguiendo que éstos puedan ser utilizados en obras, máquinas y herramientas diversas, o convertidos en productos necesarios o requeridos por la sociedad.

La ciencia de materiales es un campo multidisciplinario que estudia conocimientos fundamentales sobre las propiedades físicas macroscópicas de los materiales y los aplica en varias áreas de la ciencia y la ingeniería, consiguiendo que éstos puedan ser utilizados en obras, máquinas y herramientas diversas, o convertidos en productos necesarios o requeridos por la sociedad.

Enzima: En bioquímica, se llaman enzimas a las sustancias de naturaleza proteica que catalizan reacciones químicas, siempre que sea termodinámicamente posible (si bien no pueden hacer que el proceso sea más termodinámicamente favorable). En estas reacciones, las enzimas actúan sobre unas moléculas denominadas sustratos, las cuales se convierten en diferentes moléculas, los productos. Casi todos los procesos en las células necesitan enzimas para que ocurran en tasas significativas. A las reacciones mediadas por enzimas se las denomina reacciones enzimáticas.

Proceso fotoquímico: La fotoquímica, una subdisciplina de la química, es el estudio de las interacciones entre átomos, moléculas pequeñas, y la luz (o radiación electromagnética).

La fotoquímica puede ser introducida como una reacción que procede con la absorción de luz. Normalmente, una reacción (no sólo una reacción fotoquímica) ocurre cuando una molécula gana la energía de activación necesaria para experimentar cambios.

Albúminas: La albúmina es una proteína que se encuentra en gran proporción en el plasma sanguíneo, siendo la principal proteína de la sangre y a su vez la más abundante en el ser humano. Es sintetizada en el hígado

Monocapa: monocapa se llama a la adsorción de una sola capa de moléculas, la figura 6.1 muestra gráficamente la diferencia de una monocapa y una multicapa. En un sólido no poroso puede ser fácilmente traducida en una medida del área superficial. La *actividad* (eficiencia) de un catalizador se expresa como la velocidad por unidad de área superficial (usualmente por m^2) y de esta manera pueden compararse diferentes catalizadores

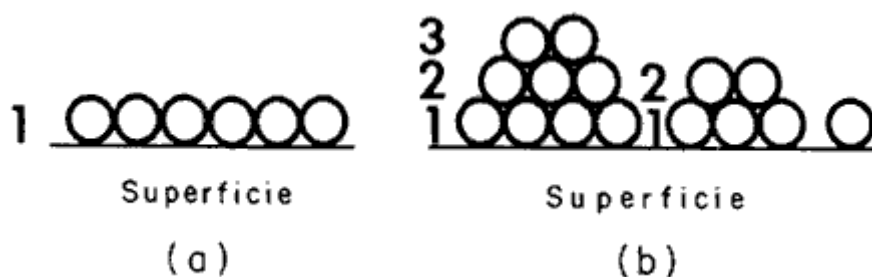


Figura 6.1. Ejemplo de monocapa y multicapa.

Fisisorción: La fisisorción o adsorción física es un tipo especial de adsorción. En química se denomina adsorción al acumulo o depósito de material (adsorbato) en un plano o superficie (a diferencia de la absorción que es un proceso volumétrico).

El proceso físico de la fisisorción es aquel por medio del cual, un elemento o compuesto químico, se adhiere a una superficie, que puede estar formada por el mismo tipo de compuesto o por alguno diferente, y en el que la especie adsorbida (fisisorbida) conserva su naturaleza química. El otro tipo de adsorción es la quimisorción, en el cual la especie adsorbida (quimisorbida) da lugar a una especie química distinta.

TPR: Temperature programmed reduction.

TPO: Temperature programmed oxidation.

TPD: Temperature programmed desorption.

Gas reductor: Un gas reductor es aquel que reduce a un agente oxidante traspasándole electrones a este último. Existe un método químico conocido como reacción de oxidación-reducción, o también llamado como reacciones redox, esta reacción se considera como reacciones de transferencia de electrones. Asimismo, La mayoría de los elementos metálicos y no metálicos se obtienen de sus minerales por procesos de oxidación o de reducción. En una reacción redox consiste en dos semi-reacciones, una semi-reacción implica la pérdida de electrones de un compuesto, en este caso el compuesto se oxida, mientras que en la otra semi-reacción el compuesto se reduce, es decir gana los electrones, uno actúa como oxidante y el otro como reductor.

Gas inerte: Un gas inerte es un gas no reactivo bajo unas determinadas condiciones de trabajo químico. Los gases inertes más comunes son el nitrógeno y los gases nobles.

Los gases inertes se emplean en algunas reacciones químicas en las que hay que evitar la presencia de un gas reactivo; por ejemplo, el oxígeno en procesos de soldadura, gases portadores en cromatografía de gases, etc.

Fuerza de enlace: En química, la fuerza de enlace se mide entre dos átomos unidos en un enlace químico. Es el grado en el que cada átomo unido al átomo

central contribuye a la valencia del átomo central. La fuerza de enlace está íntimamente ligada al orden de enlace.

Sensibilidad: La sensibilidad de un dispositivo electrónico, es la mínima magnitud en la señal de entrada requerida para producir una determinada magnitud en la señal de salida.

Conductividad térmica: La conductividad térmica es una propiedad física de los materiales que mide la capacidad de conducción de calor. En otras palabras la conductividad térmica es también la capacidad de una sustancia de transferir el movimiento cinético de sus moléculas a sus propias moléculas adyacentes o a otras sustancias con las que está en contacto.

La inversa de la conductividad térmica es la resistividad térmica, que es la capacidad de los materiales para oponerse al paso del calor.

Coefficiente de conductividad térmica: El coeficiente de conductividad térmica es una característica de cada sustancia y expresa la magnitud de su capacidad de conducir el calor. Su símbolo es la letra griega λ .

Temperatura programada: se nombra así al hecho de controlar la temperatura en función del tiempo, generándose una rampa de crecimiento o disminución.

Señal diferencial: Se llama señal diferencial a aquella que viaja por dos conductores, llamados (+) y (-), en lugar de hacerlo por uno sólo, de tal modo que las tensiones y corrientes en los conductores sean simétricas. El valor útil de señal se obtiene restando las señales de ambos conductores: $V (+) - V (-)$.

Se emplean señales diferenciales debido a que son más robustas frente a las interferencias, ya que la interferencia se suma por igual a las señales de ambos conductores, de modo que al calcular $V(+)$ - $V(-)$, la interferencia se cancela.

Estabilidad: la estabilidad en el área de control se refiere a que tanto se mantiene la salida de un sistema en un valor determinado y controlado sin tener variaciones indeseadas.

Transductor: un transductor es un dispositivo que transforma un efecto físico en otro, sin embargo en la mayoría de los casos, la variable física se transforma en una señal eléctrica, ya que ésta es la forma de señal más fácil de medir.

BIBLIOGRAFÍA:

- [1] **CHARACTERIZATION OF HETEROGENEOUS CATALYSTS**
Francis Delannay
Editorial: Marcel Dekker, INC.
- [2] **CATALIZADORES. ¿LA PIEDRA FILOSOFAL DEL SIGLO XX?**
SERGIO FUENTES / GABRIELA DÍAZ
Editorial: Mc Graw Hill
- [3] **DESIGN WITH OPERATIONAL AMPLIFIERS AND ANALOG INTEGRATED CIRCUITS**
Sergio Franco
Tercera Edición Mc Graw Hill
- [4] **INTRODUCCIÓN AL CONTROL AUTOMÁTICO**
Colección temas básicos de Ingeniería
R. C. Weyrick. Ed. Gustavo Gili, S. A. Barcelona 1977
- [5] **INGENIERÍA DE CONTROL MODERNA**
Katshiko Ogata
Editorial: PRENTICE HALL
- [6] **DETECTORS FOR GAS ANALYSIS AND GAS CHROMATOGRAPHY GOW-MAC, SB-10.**
- [7] **SISTEMA DE CONTROL PARA INGENIERIA**
NORMAN S. NISE
Imprimido en Estados Unidos de América
- [8] **INSTRUMENTATION AMPLIFIER APPLICATION GUIDE ANALOG DEVICES, 2 Edición**
- [9] **NATIONAL INSTRUMENT, www.ni.com**
- [10] **LABVIEW SIGNAL PROCESSING**
Virtud Instrument Series
Mahesh Chugani
- [11] **www.Omeqa.com**
- [12] **www.vici.com**
- [13] **MODELOS DE PREDICCIÓN MOLECULAR PARA INGENIEROS**
Rogerov , Abrahms Antonie

- [14] **FUNDAMENTOS DE QUÍMICA**
Shiavello, Mario Vicente Redes
Ed. Ariel
- [15] **HANDBOOK OF MODERN SENSORS**
Physics, Designs, and Applications
Jacob Fraden
Ed. AIP Press, 2004
- [16] **ELECTRÓNICA DE POTENCIA**
Circuitos, dispositivos y Aplicaciones
Muhammad H. Rashid
Ed. Peasson Educación
- [17] **PID CONTROLLER: THEORY, DESIGN AND TUNING**
K. Astrom and T. Hagglund
Editorial: Black well North America
- [18] **FUNDAMENTOS DE ELECTRÓNICA**
Robert L. Boylestard, Louis Nashelsky
Editorial: Prentice Hall
- [19] **BREVE INTRODUCCIÓN AL ANALISIS TÉRMICO**
Lorenzo Razo M.
Max Asomoza P.
UAM Iztapalapa.
- [20] **ENTEGRIS' FLUID HANDLING PRODUCTS.**
www.entegrisfluidhandling.com
- [21] **METODOS EXPERIMENTALES PARA INGENIEROS**
J. P. HOLMAN
ED. Mc Graw Hill
1984