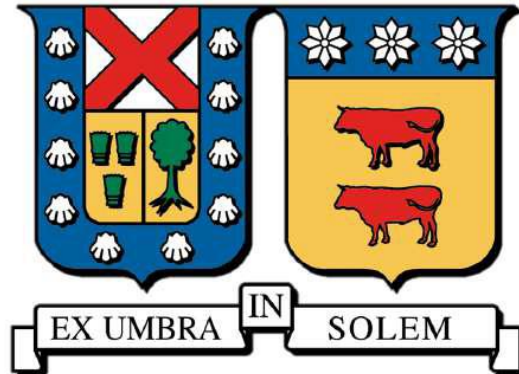


UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA  
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA  
VALPARAÍSO – CHILE



“DESARROLLO DE EXPERIMENTOS DE  
PRODUCCIÓN DE HIDRÓGENO VERDE EN  
UN REACTOR DE WATER - SPLITTING”

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE  
INGENIERO CIVIL MECÁNICO

SEBASTIÁN GIOVANNI ARRAÑO OREGÓN

PROFESOR GUÍA DR. ING. MARIO TOLEDO TORRES  
PROFESOR CORREFERENTE DR. ING. NICOLÁS RIPOLL KAMEID

VALPARAÍSO, 24 agosto, 2023

# AGRADECIMIENTOS

A mi familia por su enorme apoyo en este proceso, especialmente mis padres Ana y Marco donde cada conversación me sirvió para crecer en todo sentido, mis hermanos Franco y Laurita, primas/os, tías/os y mis abuelitos Hugo q.e.p.d. y Laura que con sus valores entregados fueron la base de la persona que soy.

Mi mejor amigo Benjamín el cual conocí en la Universidad, me enseñó a reír y no ser tan serio además de su apoyo en los momentos más complicados. Mis otros amigos hechos en la Quinta región, Moisés, Eduardo, Héctor, Manuel, Sergio, Allan, Cristóbal, los Mario y Sebastián con quienes disfrutaba en cada junta.

Mis compañeros de QUEMPIN, que me motivaron aún más para aprender acerca de esta hermosa carrera.

Los maestros Jedi: David Carrillo, Daniel Galleguillos, José Duque y Miguel Cubillos, Pedro Ruiz, Iván Aravena, los departamentos de metalurgia y arquitectura, quienes hicieron este proyecto posible.

El equipo formado por Paula Rojas y Juan Pablo Olivares, con quienes logramos llevar a cabo la obtención de la primera molécula de hidrógeno en el Laboratorio de Energías Renovables.

Finalmente, los profesores Mario Toledo y Nicolás Ripoll por enseñarme acerca de esta área de la carrera.

# Resumen

El proceso de descarbonización, crucial en el contexto del cambio climático, ha destacado la importancia del hidrógeno verde como una alternativa de combustible. Este estudio experimental se enfoca en investigar la producción de hidrógeno verde a través de ciclos termoquímicos de dos etapas (reducción-oxidación) utilizando en primera instancia óxido de hierro como catalizador donde se detectó hidrógeno, posteriormente óxido de cerio (ceria), en formato de espuma porosa, mediante la utilización de energía solar concentrada y fotovoltaica.

Los resultados térmicos indican temperaturas elevadas en la etapa de reducción y menores en la etapa de oxidación. Con parámetros operativos específicos, se logran temperaturas máximas numéricas de 820 [°C] en la etapa de reducción y 580 [°C] en la etapa de oxidación.

En la producción de hidrógeno, se obtienen valores cercanos 100 [PPM] en el flujo de salida del reactor para pruebas numéricas y experimentales, respectivamente.

**Palabras clave:** Hidrógeno verde, ciclo termoquímico, catalizador, óxido de hierro, óxido de cerio, concentrador solar, resistencia eléctrica.

# Abstract

The decarbonization process, crucial in the context of climate change, has underscored the importance of green hydrogen as a fuel alternative. This experimental study focuses on investigating the production of green hydrogen through two-stage thermochemical cycles (reduction-oxidation). Iron oxide was initially used as a catalyst, where hydrogen was detected, followed by cerium oxide (ceria), in the form of porous foam, using concentrated solar and photovoltaic energy.

The thermal results reveal elevated temperatures in the reduction stage and lower temperatures in the oxidation stage. With specific operational parameters, numerical maximum temperatures of 820 [°C] in the reduction stage and 580 [°C] in the oxidation stage are achieved.

Regarding hydrogen production, values close to 100 [PPM] are recorded in the reactor's outlet flow for both numerical and experimental tests, respectively.

**Keywords:** Green hydrogen, thermochemical cycle, catalyst, iron oxide, cerium oxide, solar concentrator, electrical resistance.

# Índice General

<b>Índice General</b> .....	<b>iv</b>
<b>Índice de figuras</b> .....	<b>vii</b>
<b>Índice de tablas</b> .....	<b>xii</b>
1. Introducción .....	1
1.1 Motivación y contexto.....	1
1.2 Situación energética mundial y local .....	3
2. Objetivos y resultados esperados.....	8
2.1 Objetivo General .....	8
2.2 Objetivos específicos .....	8
2.3 Resultados esperados.....	8
3. Marco Teórico.....	10
3.1 Hidrógeno.....	10
3.1.1 Hidrógeno como vector energético.....	11
3.1.2 Economía del hidrógeno (materia prima).....	11
3.2 Métodos para obtener hidrógeno .....	14
3.2.1 Categorización del hidrógeno basada en el origen de la energía utilizada .....	15
3.2.2 Procedimientos estudiados .....	15
3.3 Producción de hidrógeno mediante energía solar .....	20
3.3.1 Método directo: Termólisis directa .....	21
3.3.2 Métodos indirectos .....	22
3.4 Ciclos termoquímicos.....	26
3.4.1 Catalizadores para procesos de dos pasos.....	27
3.5 Concentración de radiación solar .....	35
3.5.1 Límite termodinámico de concentración solar .....	35

3.5.2	Sistemas de concentración solar .....	38
4.	Desarrollo Experimental.....	43
4.1	Catalizadores utilizados .....	44
4.1.1	Óxido de hierro .....	44
4.1.2	Óxido de cerio .....	45
4.2	Concentrador Solar.....	46
4.3	Reactor.....	48
4.4	Estructuras de soporte para el reactor .....	50
4.4.1	Descripción .....	50
4.4.2	Análisis de esfuerzo .....	51
4.5	Sistema de tuberías y válvulas.....	52
4.6	Equipos utilizados .....	54
4.6.1	Generador de vapor .....	54
4.6.2	Variador de voltaje .....	56
4.6.3	Camisa eléctrica .....	56
4.6.4	Controlador de flujo másico.....	57
4.6.5	Estanque de nitrógeno .....	58
4.7	Sistema de medición y registro.....	59
4.7.1	Temperatura .....	59
4.7.2	Radiación .....	59
4.7.3	Mediciones eléctricas.....	60
4.7.4	Detector de hidrógeno .....	60
4.7.5	Analizador de gases .....	61
4.8	Diseño experimental.....	61
4.8.1	Protocolo montaje y puesta en marcha reactor/concentrador WS .....	61
4.8.2	Pruebas previas a puesta en marcha.....	75
5.	Desarrollo Experimental.....	82
5.1	Ensayos con óxido de hierro .....	82

5.1.1 Primer ensayo con óxido de hierro .....	82
5.1.2 Segundo ensayo con óxido de hierro.....	83
5.2 Ensayo con óxido de cerio .....	85
5.3 Eficiencia del proceso termoquímico .....	88
6. Conclusiones y recomendaciones.....	90
6.1 Conclusiones.....	90
6.2 Recomendaciones .....	91
7. Anexos.....	92
A. Operación Generador de vapor.....	92
.....	95
.....	99
B. Especificaciones técnicas controlador de flujo .....	100
C. Información técnica del piranómetro.....	101
D. Cálculo de calor mediante resistencias térmicas.....	103
E Bitácoras de ensayos .....	104
8. Bibliografía.....	106

# Índice de figuras

Figura 1.1: Emisiones globales totales anuales de $CO_2$ , provenientes de combustibles fósiles y cambios en el uso de la tierra, entre 1959 y 2022 para las versiones 2020, 2021 y 2022 en miles de millones de toneladas de $CO_2$ por año [Gt] de $CO_2$ . El área sombreada muestra la incertidumbre uno - sigma estimada para el presupuesto de 2022. Fuente: Global Carbon Project. ....	2
Figura 1.3: Precio al contado en dólares por barril de petróleo crudo. Fuente: The U.S. Energy Information Administration (EIA). ....	4
Figura 1.4: Consumo mundial de energía primaria por fuente entre 1800 - 2021. Fuente: Our World in Data based on Vaclav Smil and BP Statistical Review of World Energy. ....	4
Figura 1.6: Evolución de generación bruta de energía eléctrica ERNC. Fuente: CEN. ....	6
Figura 3.1: Esquema simplificado de la economía del hidrógeno. Fuente: Renewable and Sustainable Energy Reviews. ....	12
Figura 3.2: Tecnologías emergentes y competitividad del hidrógeno frente las alternativas convencionales. Fuente: News & Technology for the Global Energy Industry. ....	13
Figura 3.3: Tecnologías de almacenamiento de hidrógeno. Fuente: Renewable and Sustainable Energy Reviews. ....	14
Figura 3.4: Esquema conceptual de los colores del hidrógeno con las distintas fuentes, procesos, post-procesos y emisiones. Fuente: Agencia Internacional de la Energía. ....	15
Figura 3.6: Métodos de división de agua basados en energía solar. Fuente: Industrial & Engineering Chemistry Research. ....	20
Figura 3.7: Composición de equilibrio de la mezcla reaccionante durante la termólisis del agua. Fuente: Revista internacional de energía de hidrógeno. ....	22
Figura 3.8: Diagrama esquemático del método de descomposición térmica directa. Fuente: International Journal of Hydrogen energy. ....	22

Figura 3.9: Diagrama esquemático de la electrólisis. Fuente: International Journal of Hydrogen energy.....	24
Figura 3.10: Esquema de funcionamiento general de procesos solares termoquímicos. Fuente: Renewable and Sustainable Energy Reviews. ....	25
Figura 3.11: Resultados de la composición de equilibrio del sistema Fe/O (100 [mol] de N <sub>2</sub> , 1 [mol] de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , P = 1 [bar]). Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar.....	30
Figura 3.12: Resultados de la composición en equilibrio del sistema Fe/O/H (3 [mol] de FeO, 1 [mol] de H <sub>2</sub> O, atmósfera de N <sub>2</sub> , P = 1 [bar]). Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar.....	31
Figura 3.13: Montaje experimental utilizado para reacciones de separación de agua. Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar. ....	32
Figura 3.14: Esquema del ciclo de división del agua de dos pasos basado en el sistema CeO <sub>2</sub> /Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar. ....	32
Figura 3.15: Reactor solar utilizado para reducir CeO <sub>2</sub> bajo una atmósfera controlada. Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar. ....	33
Figura 3.16: Reactor experimental para la producción de hidrógeno a partir de agua y 2CeO <sub>2</sub> – x (paso 2). Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar. ....	34
Figura 3.17: Composición en equilibrio del sistema CeO <sub>2</sub> (P = 200 [mbar], atmósfera de N <sub>2</sub> ). Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar. ....	35
Figura 3.18: Sistemas de concentración solar: a) canal parabólico; b) torre de potencia térmica; c) disco parabólico; d) doble concentración.Fuente: Progress in Energy and Combustion Science. ....	40
Figura 3.19: Eficiencia de absorción, del sistema y de Carnot en función de la temperatura (K), con: I = 1 [kWm – 2], $\alpha_s = \varepsilon = 1$ (simulando un cuerpo negro perfecto) y TL = 298 [K],.....	41
según las ecuaciones 3.32 y 3.33. Fuente: Progress in Energy and Combustion Science. ....	41
Figura 3.20: Rango de temperaturas para distintos procesos termoquímicos. Fuente: Progress in Energy and Combustion Science. ....	42

Figura 4.1: Diagrama de tuberías e instrumentación. Fuente: Elaboración propia..	43
Figura 4.2: Catalizador óxido de hierro. Fuente: Elaboración propia.....	45
Figura 4.3: Catalizador óxido de cerio. Fuente: Elaboración propia. ....	46
Figura 4.4: Concentrador de disco parabólico. Fuente: Elaboración propia. ....	47
Figura 4.5: Modelo Autodesk Inventor de la estructura soporte del concentrador de disco parabólico. Fuente: Memoria Sebastián García.....	47
Figura 4.6: Esquema del reactor en representación alámbrica con aristas ocultas. Fuente: Memoria Sebastián García.....	49
Figura 4.7: Vista en corte del modelo Autodesk Inventor del reactor. Fuente: Memoria Sebastián García.....	49
Figura 4.8: Primera imagen: Estructura real del brazo soporte realizado por Sebastián García. Segunda Imagen: Modelo Autodesk Inventor de la estructura soporte del reactor. Fuente: Memoria Sebastián García.....	50
Figura 4.9: (a): Estructura real del nuevo sistema de soporte del reactor. (b): Modelo Autodesk Inventor de la nueva estructura soporte del reactor. Fuente: Elaboración propia. ....	51
Figura 4.10: Diagrama de cuerpo libre brazos soporte. Fuente: Elaboración propia. ....	52
Figura 4.11: Generador de Vapor E – 1500 Cellkraft. Fuente: Elaboración propia. .	55
Figura 4.12: Variador de voltaje. Fuente: Elaboración propia.....	56
Figura 4.13: Plano geométrico de fabricación de la resistencia de Kanthal A-1 utilizada. Fuente: Fabrestel. ....	57
Figura 4.14: Distribución de la resistencia en manto del reactor. Fuente: Elaboración propia. ....	57
Figura 4.15: Controlador de flujo utilizado Marca Aalborg modelo GFC – 37. Fuente: Elaboración propia. ....	58
Figura 4.16: Estanque de nitrógeno. Fuente: Elaboración propia.....	58
Figura 4.17: Multímetro digital Cat.3 SCHNEIDER ELECTRIC IMT 23222 Thorsman. Fuente: Elaboración propia. ....	60
Figura 4.18: Arreglo de medición para detectar hidrógeno con equipo Jumtec GS-400. Fuente: Elaboración propia. ....	60

Figura 4.19: Analizador de gases Testo 350. Fuente: Elaboración propia. ....	61
Figura 4.20: Montaje de reactor. Fuente: Elaboración Paula Rojas.....	62
Figura 4.21: Pletina soporte a brazos. Fuente: Elaboración propia. ....	63
Figura 4.22: Sistema de varillas cerámicas en el reactor. Fuente: Elaboración Paula Rojas.....	64
Figura 4.23: Instalación de cúpula en pieza de asiento. Fuente: Elaboración de Paula Rojas.....	64
Figura 4.24: Ajuste de pieza de asiento en reactor. Fuente: Elaboración de Paula Rojas.....	65
Figura 4.25: Montaje de espárragos al reactor. Fuente: Elaboración propia. ....	65
Figura 4.26: Óxido de hierro utilizado. Fuente: Elaboración propia.....	66
Figura 4.27: Prueba de estanqueidad. Fuente: Elaboración de Paula Rojas.....	66
Figura 4.28: Montaje de resistencia eléctrica. Fuente: Elaboración propia.....	67
Figura 4.29: Aislante en reactor. Fuente: Elaboración propia. ....	67
Figura 4.30: Ajuste de tuercas a pletina soporte del reactor. Fuente: Elaboración propia. ....	68
Figura 4.31: Sistema de tuberías. Fuente: Elaboración propia .....	69
Figura 4.32: Perfil de temperatura usando resistencia eléctrica de Nicrom para verificar la viabilidad preliminar. Fuente: Elaboración propia.....	76
Figura 4.33: Perfil de temperatura mediante empleo de Concentrador Solar para verificar la viabilidad preliminar. Fuente: Elaboración propia.....	76
Figura 4.34: Perfil de temperatura mediante empleo de Concentrador Solar y resistencia eléctrica 60 [ $\Omega$ ] para verificar la viabilidad preliminar. Fuente: Elaboración propia. ....	77
Figura 4.35: Perfil de temperatura mediante empleo de Concentrador Solar y resistencia eléctrica 16 [ $\Omega$ ] para verificar la viabilidad preliminar. Fuente: Elaboración propia. ....	78
Figura 4.36: Prueba de resistencia eléctrica aislada. Fuente: Elaboración propia. ...	78
Figura 4.37: Ensayo con tubos de material cerámico. Fuente: Elaboración propia..	79
Figura 4.38: (a) Estado del reactor luego de realizar prueba con tubos de material cerámico. (b) Ensayo. Fuente: Elaboración propia.....	79

Figura 4.39: Prueba de hermeticidad. Fuente: Elaboración propia .....	79
Figura 4.40: Prueba con caldera. Fuente: Elaboración propia. ....	80
Figura 4.41: Prueba de purga inicial. Fuente: Elaboración propia. ....	81
Figura 5.1: Perfil de temperatura primer ensayo con óxido de hierro. Fuente: Elaboración propia. ....	83
Figura 5.2: Perfil de temperatura segundo ensayo con óxido de hierro. Fuente: Elaboración propia. ....	84
Figura 5.3: Medición con detector de hidrógeno. Fuente: Elaboración propia.....	85
Figura 5.4: Perfil de temperatura ensayo con óxido de cerio. Fuente: Elaboración propia. ....	86
Figura 5.5: Montaje completo en el exterior. Fuente: Elaboración propia.....	86
Figura 5.6: Radiación en plano horizontal medida por el piranómetro. Fuente: Elaboración propia. ....	87
Figura 5.7: [%] de oxígeno durante la medición con analizador de gases. Fuente: Elaboración propia. ....	88
Figura 5.8: Cantidad de hidrógeno producido durante la medición con analizador de gases. Fuente: Elaboración propia. ....	88
Figura 7.1: La imagen de la izquierda representa el balance de energía mediante resistencias térmicas. La imagen de la derecha es el reactor. Fuente: Elaboración propia. ....	103

# Índice de tablas

<b>Tabla N°1:</b> Propiedades del hidrógeno.....	11
<b>Tabla N°2:</b> Diferencias entre métodos directos en indirectos usando energía solar. Fuente: Industrial & Engineering Chemistry Research. ....	21
<b>Tabla N°3:</b> Ciclos termoquímicos en fase de investigación. Fuente: Tesis Doctoral Producción de hidrógeno mediante ciclos termoquímicos basados en compuestos de Na y Mn acoplados a energía solar de concentración .....	27
<b>Tabla N°4:</b> Datos técnicos del generador de vapor. Fuente: Cellkraft. ....	55
<b>Tabla N°5:</b> Ensayo de prefactibilidad de la caldera en la línea de vapor, determinación de parámetros de temperatura, caudal y presión al condensar. ....	80
<b>Tabla N°6:</b> Energía eléctrica utilizada por la resistencia eléctrica. Fuente: Elaboración propia. ....	89
<b>Tabla N°7:</b> Energía eléctrica utilizada por el generador de vapor. Fuente: Elaboración propia. ....	89
<b>Tabla N°8:</b> Energía suministrada por el concentrador solar. Fuente: Elaboración propia. ....	89
<b>Tabla N°9:</b> T1 es la temperatura en el interior del reactor y T2 la temperatura alcanzada por la resistencia eléctrica de Kanthal A-1 y resultados. Fuente: Elaboración propia. ....	103
<b>Tabla N°10:</b> Resultados geométricos de la resistencia eléctrica. Fuente: Elaboración propia. ....	104
<b>Tabla N°11:</b> Bitácora de trabajo. Reactor de WS utilizando óxido de hierro, a 1 [bar] de presión de trabajo y con vapor de agua a 150°C.....	105
<b>Tabla N° 12:</b> Bitácora de trabajo. Reactor de WS utilizando óxido de hierro, a 1 [bar] de presión y con vapor de agua a 190 [°C].....	106

# CAPÍTULO 1

## 1. Introducción

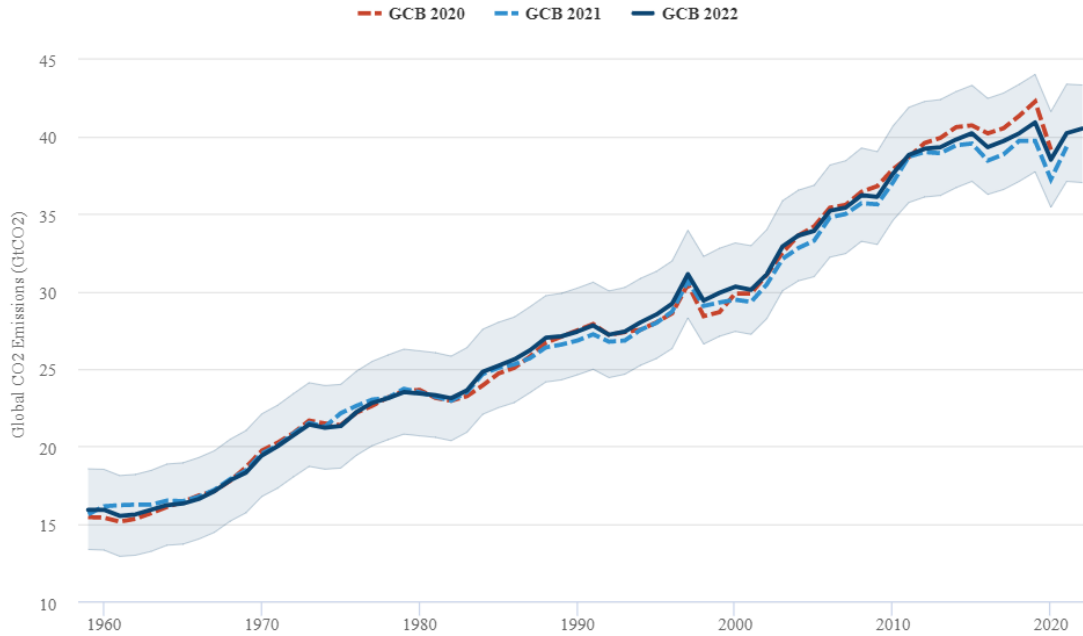
### 1.1 Motivación y contexto

Los descubrimientos y avances tecnológicos en diversas áreas que se realizaron durante épocas pasadas, contribuyeron al desarrollo de lo que hoy conocemos. Uno de estos hallazgos ocurrió en la Revolución Industrial, con la utilización a gran escala del recurso energético de los combustibles fósiles para la generación de electricidad, calefacción, transporte, entre otras aplicaciones.

Estos combustibles están compuestos por hidrocarburos que se encuentran en la capa superior de la corteza terrestre. Van desde sustancias altamente volátiles como el metano hasta el petróleo líquido y sólidos compuestos de carbono casi puro como la antracita.

Hasta la fecha, la participación de los combustibles fósiles en la matriz energética mundial se ha mantenido en torno al 80 [%] [1]. El uso excesivo de estas fuentes de energía mediante su combustión produce gases de efecto invernadero, uno es el  $\text{CO}_2$  sus emisiones proceden de la oxidación del carbono de los combustibles durante la etapa de ignición. Debido a la combustión incompleta de los hidrocarburos se liberan pequeñas proporciones de carbono en forma  $\text{CO}$ ,  $\text{CH}_4$ , o compuestos orgánicos volátiles, los cuales finalmente se oxidan en forma de  $\text{CO}_2$  en la atmósfera.

Según estimaciones las emisiones globales de  $\text{CO}_2$  de los combustibles fósiles han aumentado un 1,0 [%] en 2022, alcanzando un récord de 36,6 [Gt] de  $\text{CO}_2$ . Se estima que las emisiones globales de  $\text{CO}_2$  seguirán siendo relativamente altas en 40,5 [Gt] de  $\text{CO}_2$  en 2022, pero aún por debajo del valor más alto en el año 2019 de 40,9 [Gt] de  $\text{CO}_2$ . La figura 1.1 muestra estimaciones de emisiones globales de  $\text{CO}_2$  para 2022 [2].



**Figura 1.1:** Emisiones globales totales anuales de  $\text{CO}_2$ , provenientes de combustibles fósiles y cambios en el uso de la tierra, entre 1959 y 2022 para las versiones 2020, 2021 y 2022 en miles de millones de toneladas de  $\text{CO}_2$  por año [Gt] de  $\text{CO}_2$ . El área sombreada muestra la incertidumbre uno - sigma estimada para el presupuesto de 2022. Fuente: Global Carbon Project.

En el caso particular de Chile, por parte del SEN se registraron 0,3006 [t eq/MWh] en promedio anual el año 2022 donde su máximo valor de emisiones fue de 0,3823 [t  $\text{CO}_2$  eq/MWh] [3], representados en la Figura 1.2.



**Figura 1.2:** Factores de emisión de  $\text{CO}_2$  SEN. Fuente: Ministerio de Energía.

Según un informe del Panel Intergubernamental sobre Cambio Climático, limitar el calentamiento global a menos de 2 [°C] siguiendo el acuerdo global requiere una reducción del 25 [%] de las emisiones de carbono para 2030 en comparación con 2010 y cero emisiones netas para 2070 [4] . El Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente indica que las emisiones de gases de efecto invernadero han aumentado. Sin embargo, para que el planeta se caliente menos de 1,5 [°C], las emisiones globales de gases de efecto invernadero deben reducirse en un 45 [%] para 2030 en comparación con 2010 y llegar a cero para 2050. Dos tercios de las emisiones de gases de efecto invernadero del mundo se deben al sector energético. Ahora, se requiere un factor energético para conectar la expansión económica y la disminución de las emisiones de carbono [5] .

Para lograr emisiones netas de carbono cero para 2050, la transición energética hacia las energías renovables, particularmente el uso de energía solar y eólica para producir hidrógeno a través de la electrólisis del agua, está cobrando mucha importancia para mitigar las principales emisiones en varios sectores en todo el mundo [6]

## 1.2 Situación energética mundial y local

El mundo está inmerso en su primera crisis energética global, si ya antes de la invasión rusa de Ucrania existían presiones en los mercados, pero las acciones de Rusia han convertido la rápida recuperación económica de la pandemia que puso a prueba todo tipo de cadenas de suministro mundiales, incluida la de la energía en una auténtica convulsión energética. Todos los combustibles se ven afectados, pero los mercados del gas son el epicentro, ya que Rusia busca influir en el mercado exponiendo a los consumidores a facturas energéticas más altas y a la escasez de suministro [1].

El precio de compra de gas natural al contado ha superado con frecuencia el equivalente a 250 [U\$/barril]. El precio del carbón también ha alcanzado niveles de récord; mientras que el petróleo superó ampliamente los 100 [U\$/barril] a mediados de 2022, para luego descender. Los elevados precios del gas y del carbón representan el 90 [%] de la presión al alza de los costes de la electricidad en todo el mundo [1].

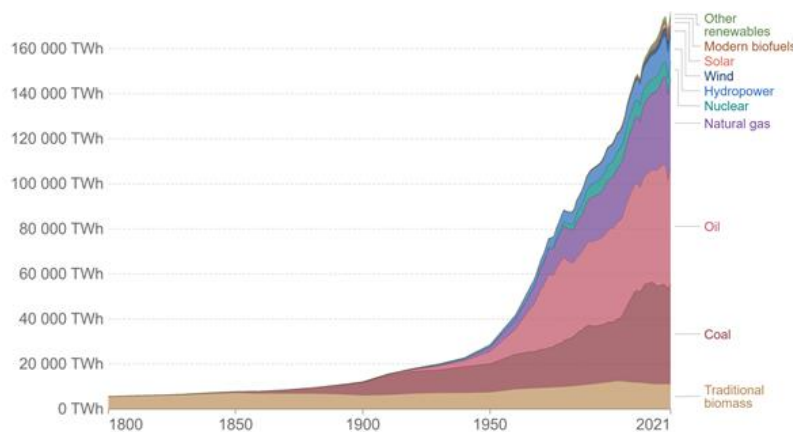
En el mes de junio del 2022 se alcanzó un valor de 114,84 [U\$/barril] de petróleo crudo siendo el mayor valor ese año, en marzo del 2023 se tuvo un precio de 73,28 [U\$/barril] [7], representados en la Figura 1.3.



**Figura 1.3: Precio al contado en dólares por barril de petróleo crudo. Fuente: The U.S. Energy Information Administration (EIA).**

Una de las salidas es el uso de reservas estratégicas y reservas adicionales de combustibles fósiles que podría ayudar a aliviar la crisis energética en el corto plazo. Pero la única solución a medio y largo plazo es acelerar el despliegue de las energías renovables [8].

Al año 2021 el consumo mundial de energía primaria fue de 176,4 [PWh], donde las energías renovables han ido en aumento destacando la energía solar y del viento con 2702 [TWh] y 4872 [TWh] respectivamente [9], como se puede apreciar en la figura 1.4.



**Figura 1.4: Consumo mundial de energía primaria por fuente entre 1800 - 2021. Fuente: Our World in Data based on Vaclav Smil and BP Statistical Review of World Energy.**

En el reporte del mes de marzo, la capacidad instalada neta de generación eléctrica en Chile asciende a 31.189 [MW], de este total al mes está categorizada en un 40,2 [%] termoelectricidad, 21,3 [%] hidroelectricidad convencional y un 38,5 [%] ERNC [10].

Respecto a la generación de los sistemas eléctricos mayores fue de 6.518 [GWh] durante el mes de febrero de 2023, de este valor 2.540 [GWh] fueron producidos por centrales ERNC, donde 1.485 [GWh] por parte fue solar fotovoltaica, 715 [GWh] generación eólica, 116 [GWh] de centrales minihidráulicas de pasada, 161 [GWh] de inyección en base a centrales biomasa, 30 [GWh] de generación geotérmica y 33 [GWh] concentración solar de potencia [11].

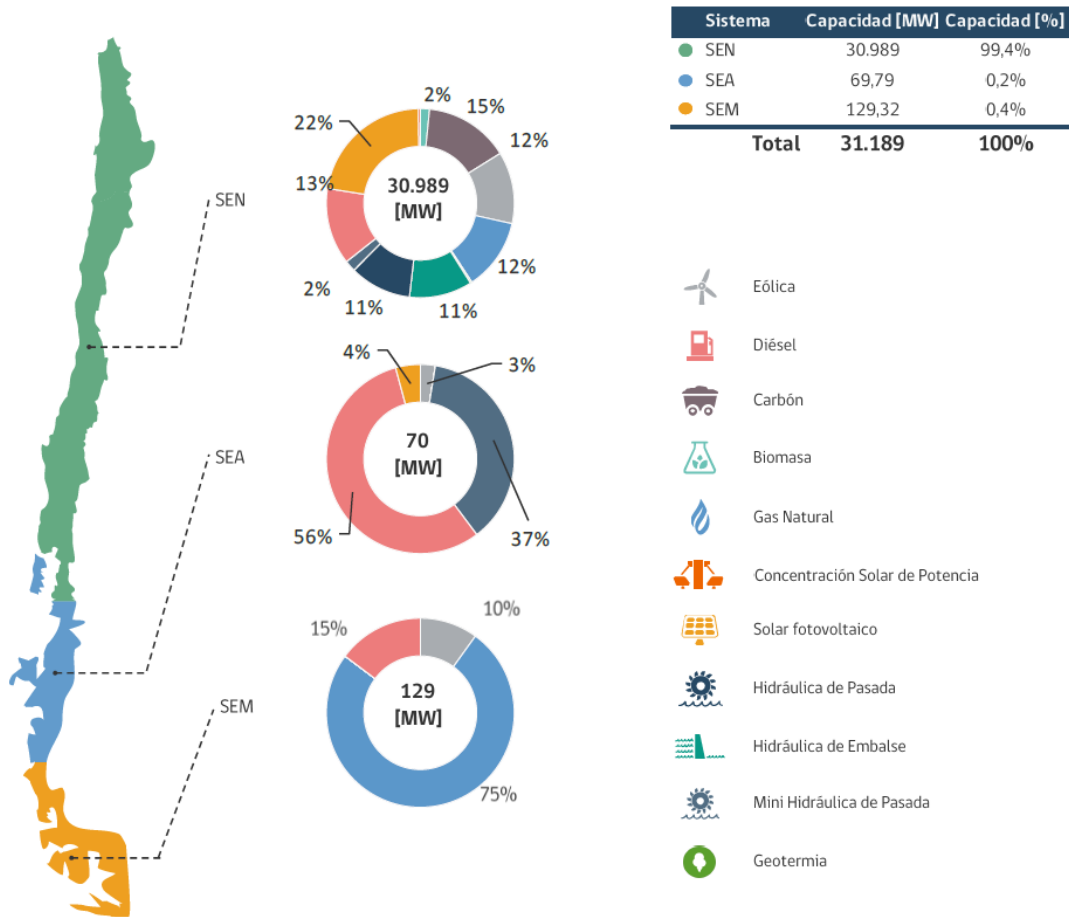
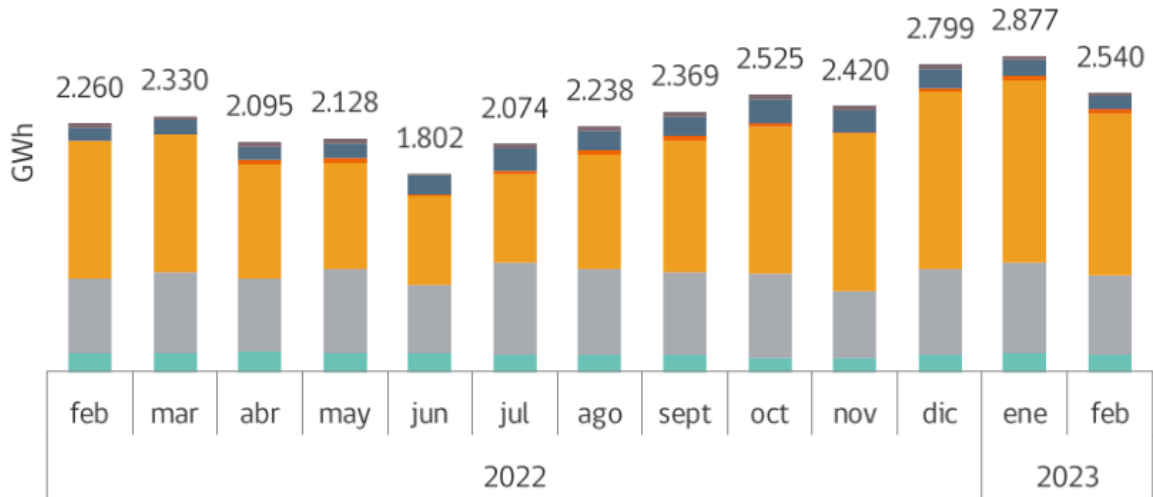


Figura 1.5: Capacidad instalada neta por tecnología. Fuente: Infotécnica – CEN.



**Figura 1.6:** Evolución de generación bruta de energía eléctrica ERNC. Fuente: CEN.

En un mundo cada vez más consciente de la urgente necesidad de abordar el cambio climático y reducir las emisiones de CO<sub>2</sub>, la transición hacia fuentes de energía más limpias y sostenibles se ha convertido en una prioridad global. Las emisiones de CO<sub>2</sub> derivadas de la quema de combustibles fósiles y la creciente demanda de energía han desencadenado una búsqueda incansable de alternativas viables. En este contexto, las energías renovables han surgido como una solución prometedora, pero aún queda un desafío significativo: cómo almacenar y distribuir eficientemente la energía producida por estas fuentes intermitentes.

Una vía intrigante que ha ganado atención es la producción de hidrógeno, un vector energético versátil que puede ser obtenido a partir de fuentes renovables y utilizado en una variedad de aplicaciones, desde la industria hasta el transporte y la generación de energía. En este sentido, el desarrollo de métodos eficientes y sostenibles para producir hidrógeno se ha vuelto esencial.

Uno de los enfoques más prometedores es el ciclo termoquímico de dos pasos, que involucra la utilización de óxidos metálicos como catalizadores. Este método combina conocimientos de la química y la ingeniería para dividir el agua en sus componentes, hidrógeno y oxígeno, a través de reacciones controladas y optimizadas. La aplicación de catalizadores de óxido de hierro y cerio ha demostrado un potencial significativo para aumentar la eficiencia y la velocidad de

estas reacciones, lo que podría hacer que la producción de hidrógeno sea más sostenible y económicamente viable.

En los siguientes apartados, exploraremos en detalle el proceso de este ciclo termoquímico de dos pasos, destacando el papel fundamental de los catalizadores de óxido de hierro y cerio en el logro de avances notables en la producción de hidrógeno a partir de fuentes renovables. Esta innovadora aproximación no solo podría reducir las emisiones de CO<sub>2</sub> asociadas con la obtención de hidrógeno, sino también sentar las bases para una transición energética más limpia y sostenible a nivel mundial.

# CAPÍTULO 2

## 2. Objetivos y resultados esperados

### 2.1 Objetivo General

- Diseñar, construir y operar un sistema de separación térmica de agua mediante energía solar para la obtención de hidrógeno.

### 2.2 Objetivos específicos

- Definir el estado del arte de los sistemas de separación térmica de agua con catalizadores de óxidos de metal.
- Diseñar e implementar un sistema para cuantificar la producción de hidrógeno verde.
- Desarrollar pruebas experimentales de producción de hidrógeno verde mediante variaciones de flujos de vapor de agua y de aporte de energía.
- Evaluar la eficiencia del proceso termoquímico en el reactor de water-splitting, y proponer mejoras a su diseño.

### 2.3 Resultados esperados

- Determinar y alcanzar una temperatura óptima para realizar experimento en ciclo termoquímico basado en 2 tipos de óxidos metálicos.
- Detección y cuantificación de hidrógeno mediante ciclo termoquímico de 2 pasos basado en óxido de hierro y cerio respectivamente.

- Establecer una línea base para futuros experimentos en producción de hidrógeno.

# CAPÍTULO 3

## 3. Marco Teórico

### 3.1 Hidrógeno

El Hidrógeno es una sustancia gaseosa la cual en condiciones normales es incolora, inodora, inflamable y no tóxica, además es el miembro más simple de la familia de los elementos químicos [12].

El hidrógeno, es el elemento más abundante del universo con un peso del 92 [%] del total, seguido por el Helio con un 7 [%] y un 1 [%] para los demás elementos. Curiosamente, es poco abundante en la atmósfera terrestre, debido a que su pequeña masa hace muy difícil su retención en el campo gravitatorio terrestre. En la superficie terrestre, es el décimo elemento más abundante, y generalmente se le encuentra en forma de agua, la cual abarca casi el 80 [%] del planeta [13]

Su número atómico igual a 1, consta de un electrón y un protón. Como la mayoría de los gases, se encuentra en la naturaleza en forma diatómica, aunque a altas temperatura se puede disociar para combinarse con otros elementos [13].

A continuación, en la Tabla N°1 se mencionan algunas propiedades y datos interesantes acerca del hidrógeno:

Temperatura crítica	-240,18 [°C]
Temperatura de evaporación	-252,76 [°C]
Temperatura de fusión	-259,1 [°C]
Densidad en estado gaseoso	0,08988 [Kg/m <sup>3</sup> ]
Densidad en estado líquido (- 253 [°C])	0,0708 [gr/ml]
Densidad en estado sólido (- 262 [°C])	0,0706 [g/ml]
Masa atómica	1,007940 [kg/kmol]
Masa molecular	2,01588 [kg/kmol]
Constante específica del gas	4124,3 [J/ (kg K)]

Calor específico a presión constante	28,623 [kJ]/ (kmol*K)]
Calor específico a volumen constante	20,309 [kJ]/ (kmol*K)]
Poder calorífico superior en base másica (HHV)	141,9 [kJ/g]
Poder calorífico inferior en base másica (LHV)	119,9 [kJ/g]

*Tabla N°1: Propiedades del hidrógeno.*

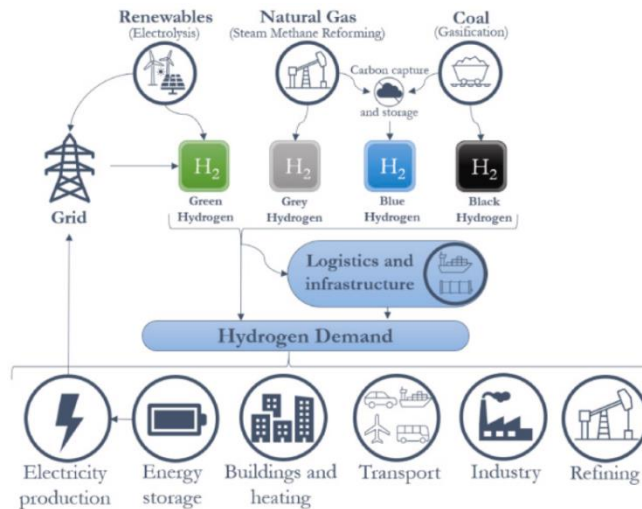
### 3.1.1 Hidrógeno como vector energético

Un vector energético es una sustancia que se utiliza para almacenar y transportar energía de un lugar a otro. Los vectores energéticos se utilizan para superar las limitaciones de las fuentes de energía primaria, como la energía solar y eólica, que son intermitentes y no siempre están disponibles en el momento en que se necesitan. Estos pueden ser producidos a partir de diversas fuentes de energía, como la energía renovable, y se pueden almacenar y transportar en forma de sólido, líquido y gas.

El hidrógeno es considerado un vector energético porque puede ser producido a partir de diversas fuentes de energía, como la energía renovable, y almacenado para su uso posterior en los 3 principales estados de la materia, lo que permite su transporte y distribución. El hidrógeno es un vector energético muy versátil, ya que se puede utilizar en diferentes aplicaciones y sectores, y puede ser producido a partir de diversas fuentes de energía, lo que lo hace una opción muy atractiva para la transición hacia un sistema energético más sostenible [14].

### 3.1.2 Economía del hidrógeno (materia prima)

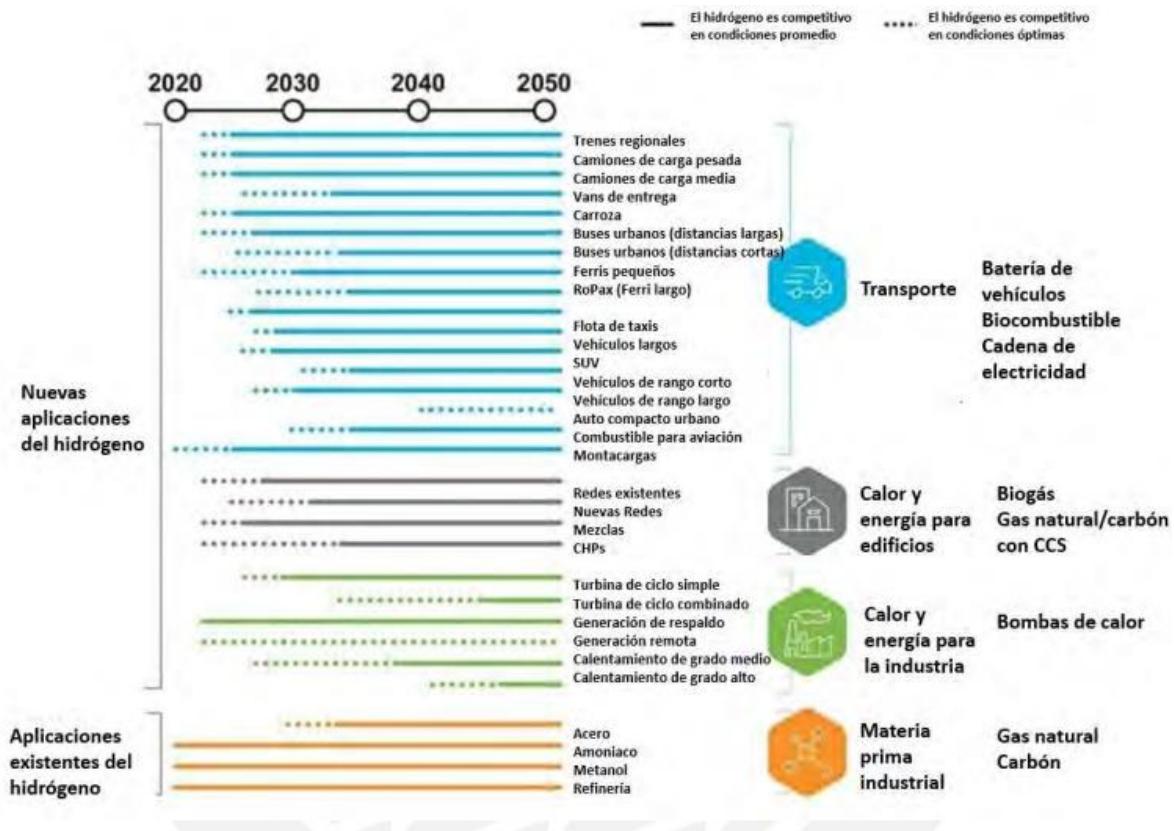
Cuando se habla de la economía de un combustible, generalmente se refiere a la evaluación de los aspectos económicos asociados con su producción, distribución, consumo y su impacto en la economía en general, es por aquello que se realiza un panorama actual a continuación. La Figura 1.7 muestra el papel multifacético del hidrógeno en la sociedad y los diversos medios de producción [15].



**Figura 3.1: Esquema simplificado de la economía del hidrógeno. Fuente: Renewable and Sustainable Energy Reviews.**

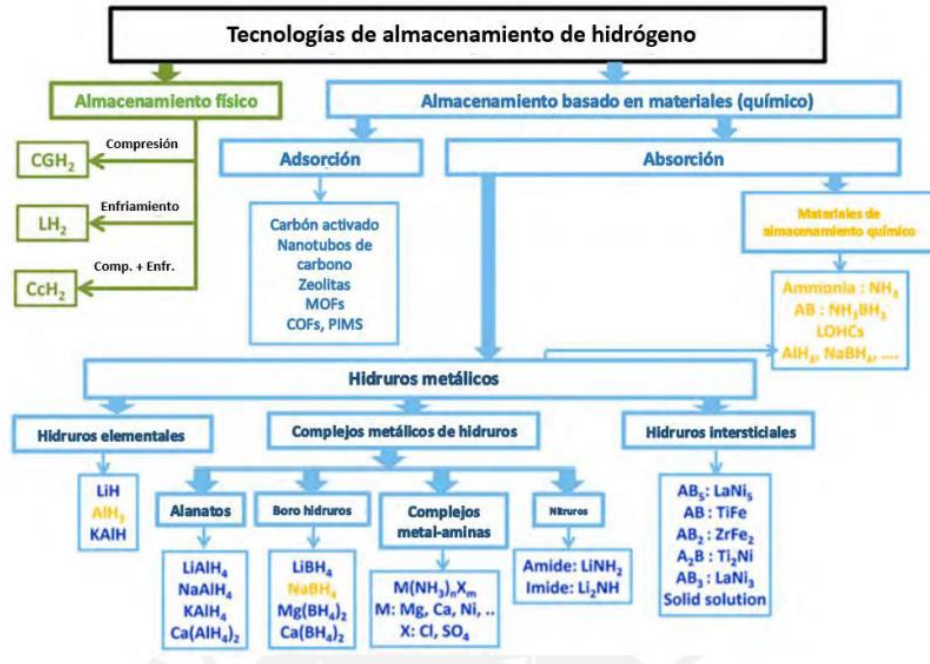
El hidrógeno, en su forma gaseosa como moléculas diatómicas, ha sido ampliamente utilizado en diversas aplicaciones industriales entre las que se encuentran:

- Producción de amoníaco para la agricultura y en procesos de refinación de petróleo, entre otros, representando el 44% y el 38% de la demanda total de hidrógeno, respectivamente. Se emplea en la producción de acero y metanol, aunque en menor cantidad.
- Recientemente, ha ganado interés como combustible alternativo en la industria automotriz y energética, donde las pilas a base de hidrógeno se perfilan como una opción más sostenible y libre de emisiones contaminantes. Marcas líderes en la industria automotriz han mostrado un enfoque hacia el desarrollo de vehículos basados en esta tecnología de baterías de hidrógeno. Además, diversas áreas del transporte y del sector energético ven con optimismo las perspectivas económicas que pueden derivarse de la utilización del hidrógeno como combustible en el futuro [16].



**Figura 3.2: Tecnologías emergentes y competitividad del hidrógeno frente las alternativas convencionales. Fuente: News & Technology for the Global Energy Industry.**

Actualmente, el 95 [%] del hidrógeno se produce en el lugar, mientras que sólo el 5 [%] se transporta debido a su alta inflamabilidad y riesgo en el almacenamiento y transporte. A pesar de que el hidrógeno posee la mayor densidad de carga por unidad de materia, su baja densidad de energía por volumen limita su uso masivo como fuente de energía. Para superar estos retos, se han desarrollado múltiples alternativas de almacenamiento que garantizan la seguridad y permiten almacenar distintas cantidades de hidrógeno mediante principios físicos y químicos[17].



*Figura 3.3: Tecnologías de almacenamiento de hidrógeno. Fuente: Renewable and Sustainable Energy Reviews.*

El almacenamiento de hidrógeno se realiza mediante compresión o enfriamiento para ocupar menos espacio. Aunque la compresión es común y versátil, presenta riesgos debido a la explosividad del gas. Se exploran alternativas como estructuras metal orgánicas e hidruros metálicos para un almacenamiento seguro. A pesar de su potencial, la producción sostenible de hidrógeno es un desafío debido a su origen en combustibles fósiles[18].

### 3.2 Métodos para obtener hidrógeno

Son variados los métodos para conseguir hidrógeno, se comenzará mostrando la clasificación según el origen del procedimiento de producción con los “colores del hidrógeno”, además de los métodos convencionales.

### 3.2.1 Categorización del hidrógeno basada en el origen de la energía utilizada



Figura 3.4: Esquema conceptual de los colores del hidrógeno con las distintas fuentes, procesos, post-procesos y emisiones. Fuente: Agencia Internacional de la Energía.

### 3.2.2 Procedimientos estudiados

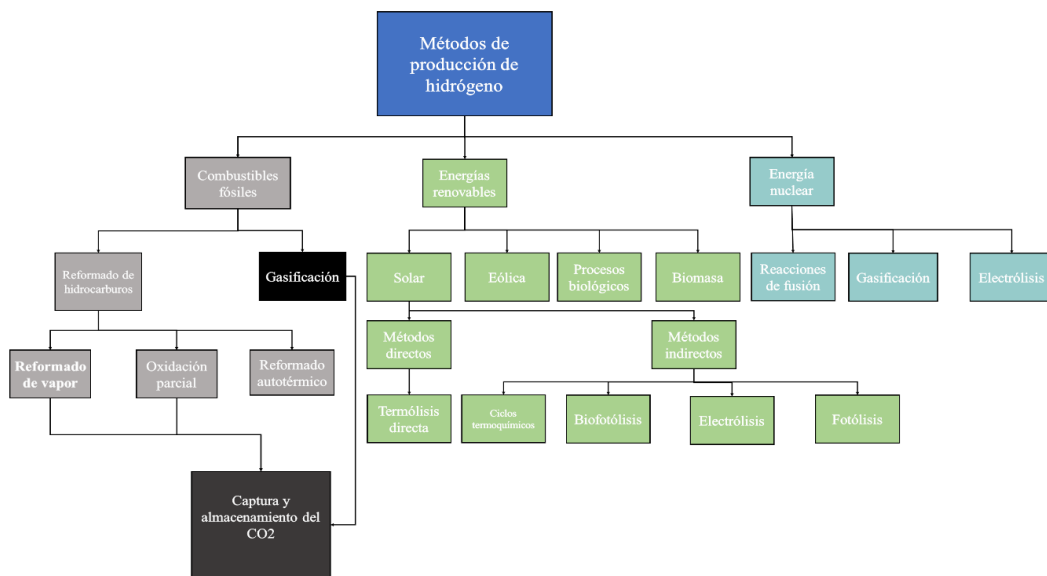


Figura 3.5: Métodos de producción de hidrógeno estudiado. Fuente: Elaboración propia basado en [19].

### 3.2.2.1 Energía nuclear

La producción de hidrógeno con energía nuclear se basa en reacciones nucleares, como la fusión, para generar calor. Este calor se utiliza para realizar procesos de electrólisis del agua o gasificación de materiales carbonosos, obteniendo hidrógeno de forma más limpia y sostenible[20].

La producción de hidrógeno con energía nuclear se logra a través de diversas vías:

#### 3.2.2.1.1 Electrólisis

Se emplea electricidad generada por energía nuclear para descomponer el agua en hidrógeno y oxígeno, siendo una técnica limpia y eficiente.

#### 3.2.2.1.2 Gasificación

En este proceso, los materiales carbonosos, como biomasa o residuos, se convierten en hidrógeno y monóxido de carbono mediante calor y vapor, también utilizando energía nuclear.

#### 3.2.2.1.3 Reacciones de fusión

Inspiradas en el sol, estas reacciones nucleares liberan una gran cantidad de energía y permiten producir hidrógeno a partir de isótopos de litio y deuterio, prometiendo una fuente energética segura y abundante.

#### 3.2.2.2 Combustibles fósiles

La producción de hidrógeno a partir de combustibles fósiles, como gas natural y carbón, es una técnica común. Implica la conversión química de estos recursos en hidrógeno, pero este proceso genera emisiones de dióxido de carbono y otros contaminantes. Esta producción plantea desafíos ambientales debido a su contribución al cambio climático. Es fundamental buscar formas de mitigar estas emisiones para lograr una producción más sostenible y alineada con la reducción de impactos ambientales.

### 3.2.2.2.1 Reformado de hidrocarburos

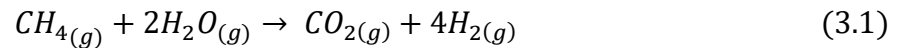
La reformado de hidrocarburos es el método más avanzado para producir hidrógeno. Además de los hidrocarburos, este proceso requiere otros reactivos, como vapor de agua u oxígeno, que se conocen como reacción de reformado con vapor o reacción de oxidación parcial, respectivamente [21].

A continuación, se realizará un repaso a cada tipo de reformado de hidrocarburos:

#### a) Reformado con vapor de agua:

El reformado con vapor es un proceso en el que vapor de agua e hidrocarburos se calientan para obtener hidrógeno y óxidos de carbono. Se extrae hidrógeno principalmente del gas natural y ocasionalmente del gas licuado y la nafta. El reformado más común involucra vapor y metano en el gas natural, logrando una conversión significativa del 70-80 [%] de metano a hidrógeno.

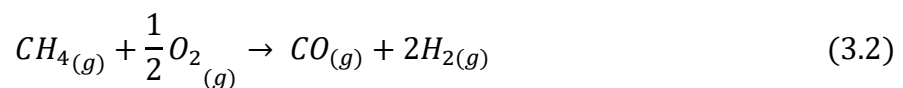
La reacción global de reformado con vapor del metano se puede representar de la siguiente manera:



#### b) Oxidación parcial

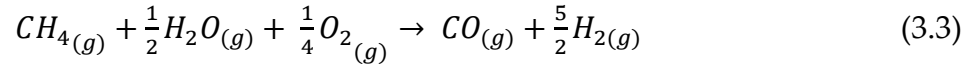
La oxidación parcial es un proceso exotérmico utilizado para convertir combustibles de hidrocarburos en una mezcla de hidrógeno, monóxido de carbono y otras especies parcialmente oxidadas. Una de las ventajas de este proceso es que las reacciones con oxígeno son altamente exotérmicas, sin necesidad de ninguna fuente de energía externa.

En general, la reacción de oxidación parcial se puede describir de la siguiente manera:



### c) Reformado autotérmico

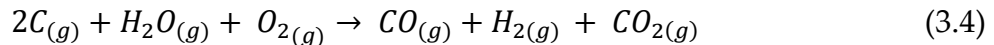
El reformado autotérmico es una combinación del reformado con vapor y la oxidación parcial, representada por la ecuación general:



#### 3.2.2.2.2 Gasificación de sólidos carbonosos

La gasificación de carbón es el método más antiguo de producción comercial de H<sub>2</sub>, es una tecnología probada y madura. Consiste en calentar el carbón a temperaturas cercanas a los 900 °C para convertirlo en gas, luego se realiza una reacción con vapor de agua (H<sub>2</sub>O) y oxígeno (O<sub>2</sub>), y se pasa a través de un catalizador para mejorar la eficiencia de la reacción [22].

La reacción química que describe el proceso de gasificación del carbón es la siguiente:



#### 3.2.2.3 Energías renovables

La producción de hidrógeno mediante energías renovables implica la utilización de fuentes sostenibles. Este enfoque busca reducir las emisiones de gases de efecto invernadero y promover la transición hacia una economía baja en carbono, siendo una alternativa más limpia y sustentable para la obtención de hidrógeno.

Las principales energías renovables utilizadas para la producción de hidrógeno son la eólica, procesos biológicos, biomasa y en detalle la solar.

##### 3.2.2.3.1 Energía eólica

La producción de hidrógeno mediante electrolisis utilizando energía eólica involucra la captura de energía cinética del viento a través de aerogeneradores. Esta energía se canaliza hacia un electrolizador donde se descompone el agua en

hidrógeno y oxígeno mediante reacciones electroquímicas. El hidrógeno generado se almacena para su uso futuro, representando una vía sostenible al utilizar una fuente renovable de energía para impulsar el proceso de producción.

#### 3.2.2.3.2 Procesos biológicos

La producción de hidrógeno a través de procesos biológicos se realiza utilizando microalgas y bacterias. Actualmente, la producción de hidrógeno mediante estos procesos es limitada y la mayoría de las instalaciones son pequeñas y de naturaleza experimental [22]. Los principales procesos biológicos utilizados para la producción de hidrógeno son:

- Bio - fotólisis directa
- Bio - fotólisis indirecta
- Foto - fermentación
- Fermentación Oscura

#### 3.2.2.3.3 Biomasa

Para la generación de hidrógeno a partir de biomasa se emplean diversos recursos, que incluyen:

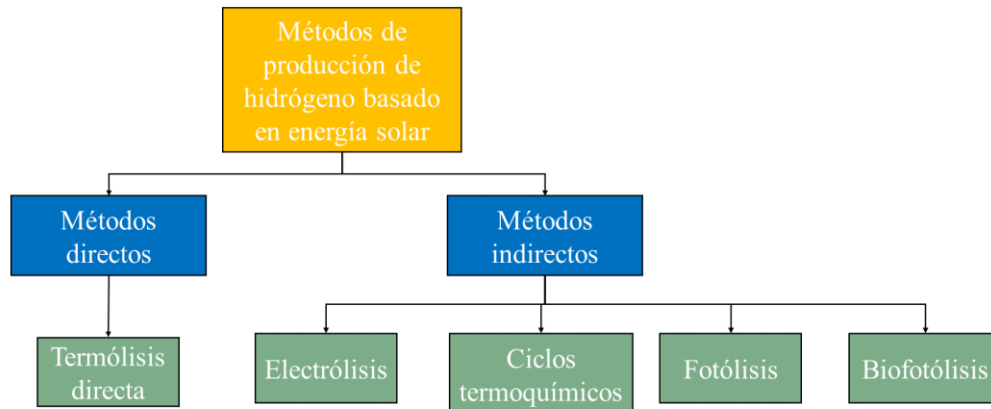
- Cultivos energéticos.
- Residuos y desechos agrícolas, como restos de plantas y animales.
- Residuos y desechos forestales, como recortes de madera, residuos de procesamiento y desechos de árboles y arbustos.
- Residuos industriales y urbanos, como residuos sólidos urbanos, lodos de plantas de tratamiento de aguas y desechos industriales.

Los principales métodos utilizados para la producción de hidrógeno a partir de biomasa son los procesos termoquímicos, la pirolisis de biomasa y la gasificación de biomasa. Estos procesos implican reacciones químicas controladas que permiten convertir la biomasa en hidrógeno, aprovechando su contenido energético [22].

### 3.3 Producción de hidrógeno mediante energía solar

El hidrógeno producido a partir de energía solar se destaca como un vector energético clave en el desarrollo sostenible. Permite almacenar de manera eficiente la energía solar en forma de energía química, superando el desafío de su carácter intermitente. A través de este método, se logra aprovechar de manera continua y confiable la energía solar, proporcionando una solución efectiva para el almacenamiento de energía renovable. Este enfoque se está volviendo cada vez más relevante en el panorama energético actual[23].

La producción de hidrógeno mediante energía solar se puede clasificar de manera general en dos tipos, como se ilustra en el esquema de la Figura 1.16.



**Figura 3.6: Métodos de división de agua basados en energía solar. Fuente: Industrial & Engineering Chemistry Research.**

A continuación, se mostrarán características comparativas generales en la tabla N°2 respecto a métodos directos e indirectos, pero se especificará en detalle para el caso de termoquímica solar, procedimiento utilizado en este trabajo.

Método Directo	Métodos Indirectos
Produce hidrógeno molecular directamente del agua en un solo paso.	Requiere principalmente energía solar para producir hidrógeno molecular a partir de agua, por lo cual se debe hacer más de un paso intermedio.
Alta eficiencia térmica	El enfoque termoquímico tiene casi el mismo rendimiento térmico, mientras que otros métodos clasifican la eficiencia térmica de moderada a baja.
La relación entre la energía de entrada y total es baja, junto con la mayor disipación de calor.	Su eficiencia de conversión es relativamente mayor. Aunque, la biofotólisis y fotólisis requieren una mayor irradiación solar para aumentar la misma.
La alta disipación de calor requiere materiales resistentes al calor, lo que requiere medidas de seguridad de alto grado.	Muestra una contaminación insignificante y un nivel de disipación de calor de moderado a bajo.
Debido a sus procesos intermedios, las materias primas son bastante difícil de obtener.	La disponibilidad de materias primas lo hace meritorio mientras que su costo lo rebaje.

*Tabla N°2: Diferencias entre métodos directos e indirectos usando energía solar. Fuente: Industrial & Engineering Chemistry Research.*

### 3.3.1 Método directo: Termólisis directa

La termólisis es un proceso directo de descarga térmica de la molécula de agua en un solo paso. La temperatura técnica máxima es de alrededor de 2500 [K], lo que permite una disociación de más del 4 [%] a presión atmosférica. Un reactor de termólisis requiere materiales refractarios especiales que soporten temperaturas superiores a 1500 [K], con la posibilidad de gradientes de temperatura y cambios rápidos sin degradación[19].

No hay límites en los mecanismos de reacción cuando se trata de reacciones inversas. A medida que la temperatura aumenta, se favorece la descomposición, como se ilustra en la figura 3.7, y el diagrama esquemático del método de descomposición térmica directa se muestra en la figura 3.8.

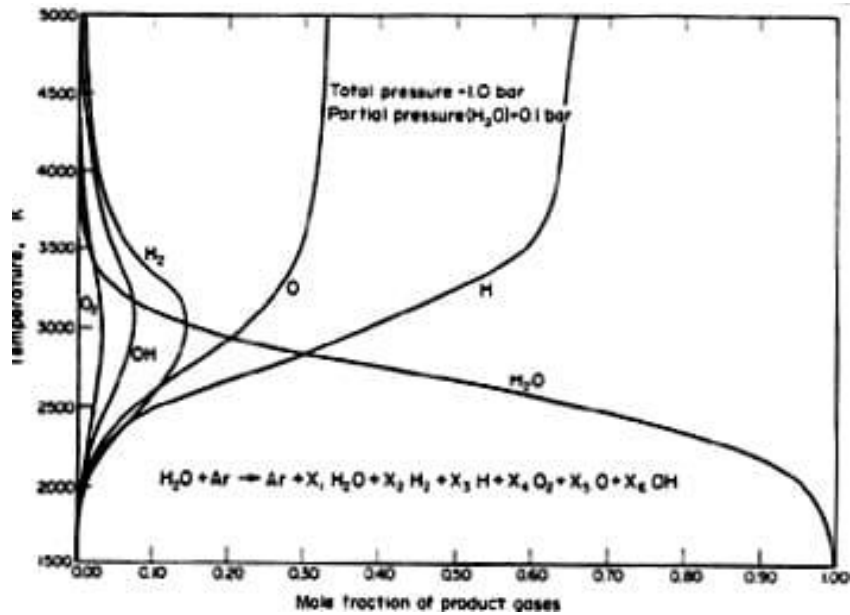


Figura 3.7: Composición de equilibrio de la mezcla reaccionante durante la termólisis del agua. Fuente: Revista internacional de energía de hidrógeno.

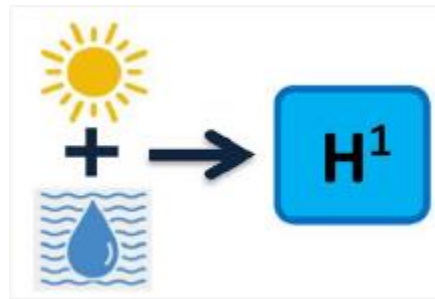


Figura 3.8: Diagrama esquemático del método de descomposición térmica directa. Fuente: International Journal of Hydrogen energy.

### 3.3.2 Métodos indirectos

El método térmico directo tiene varias desventajas, como baja eficiencia de conversión, alta disipación de calor y problemas de seguridad. Debido a esto, los investigadores se centran inherentemente en métodos indirectos. El uso de energía solar para producir hidrógeno a partir de agua a través de algunos pasos intermedios se denomina método indirecto[23].

### 3.3.2.1 Fotólisis

El proceso de fotólisis utiliza energía solar para descomponer agua en hidrógeno y oxígeno mediante un material semiconductor. La luz solar genera electrones y huecos en el ánodo, donde los huecos dividen el agua y los electrones generan hidrógeno en el cátodo. Las celdas fotoelectroquímicas (PEC) con fotoánodo y fotocátodo sumergidos en electrolito acuoso y expuestos a la luz solar son eficientes para esta generación de hidrógeno [23].

La ecuación en el ánodo es la siguiente:



La ecuación en el cátodo es la siguiente:



La ecuación en el ánodo es la siguiente:



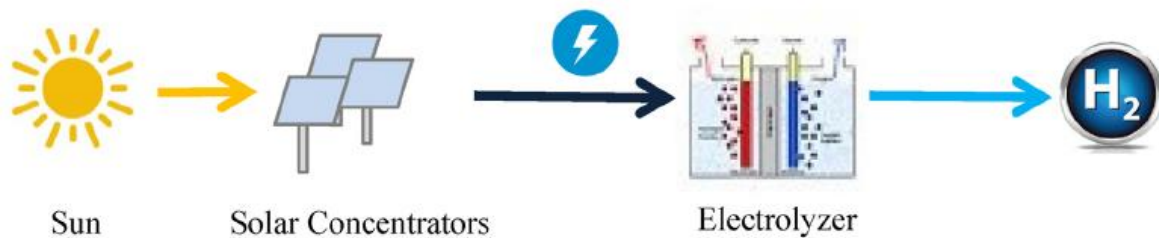
### 3.3.2.2 Electrólisis

La electrólisis del agua es el mecanismo mediante el cual la aplicación de energía eléctrica descompone el agua en iones negativos (oxígeno) en el electrodo y iones positivos (hidrógeno) en el electrodo negativo[23].

Involucra una reacción de cualquiera de los agentes mencionados posteriormente con agua para generar hidrógeno. Se utilizan celdas de electrólisis alcalina, de intercambio de protones (PEM) y de electrolito sólido (SOEC) [23]. La reacción global en la celda es:



El diagrama esquemático de la electrólisis se muestra en la Figura 3.9.



**Figura 3.9: Diagrama esquemático de la electrólisis. Fuente: International Journal of Hydrogen energy.**

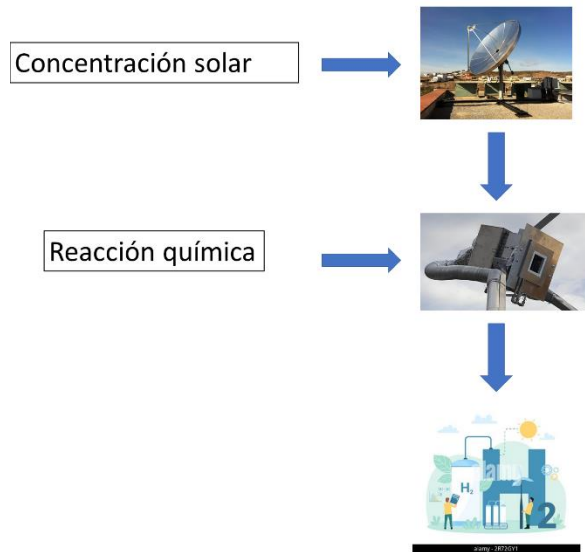
### 3.3.3.3 Biofotólisis

El proceso biológico de producción de hidrógeno, se realiza utilizando desechos orgánicos, agua y biomasa. Mediante la luz solar, un fotobiorreactor genera gas de hidrógeno o divide el agua en hidrógeno y oxígeno. En las plantas, la producción biológica de hidrógeno se logra a través de la biofotólisis, convirtiendo la luz solar en energía química almacenada [23].

### 3.3.3.4 Termoquímica Solar

Los procesos termoquímicos ofrecen ventajas termodinámicas significativas. La figura 3.10 presenta una representación conceptual de los procesos termoquímicos solares, en los cuales la radiación solar se concentra mediante sistemas de alta concentración, como espejos que siguen al sol y lo focalizan en un punto, como platos parabólicos, hornos solares o sistemas de torres de energía solar.

Esta energía se captura en un receptor o reactor solar, donde se generan temperaturas elevadas para llevar a cabo reacciones endotérmicas o exotérmicas involucradas en la producción de "combustibles solares". De esta manera, la energía solar concentrada se almacena en los enlaces químicos resultantes.



*Figura 3.10: Esquema de funcionamiento general de procesos solares termoquímicos. Fuente: Renewable and Sustainable Energy Reviews.*

La producción de combustibles solares termoquímicos se realiza a través de cinco rutas principales: termólisis, ciclos termoquímicos, reformado, craqueo y gasificación. Algunas rutas utilizan agua y energía solar concentrada, mientras que otras involucran combustibles fósiles. Estos últimos métodos generan emisiones de gases de efecto invernadero y contribuyen al agotamiento de los combustibles fósiles. Sin embargo, el uso de energía solar concentrada puede reducir considerablemente estas emisiones[24].

A continuación, se hará un enfoque en los ciclos termoquímicos, proceso en que se basará esta investigación.

### 3.4 Ciclos termoquímicos

El concepto de los ciclos termoquímicos fue propuesto por primera vez por Funk y sus colegas en 1966, y su investigación inicial se llevó a cabo en el JRC (Joint Research Centre) de la Comunidad Europea en Ispra, Italia, desde su descubrimiento hasta 1983 [25]. El objetivo principal de esta investigación fue identificar los sistemas con mayor potencial para su aplicación en procesos de alta temperatura relacionados con la energía nuclear. Se realizaron estudios iniciales sobre ciclos basados en vanadio, manganeso, mercurio y cloruro de hierro, pero más tarde se centraron intensamente en los procesos basados en compuestos de azufre.

El desarrollo de los sistemas solares de concentración ha dirigido el enfoque de los ciclos termoquímicos hacia su integración con la energía solar concentrada, presentando una alternativa más sostenible que el uso inicial de la energía nuclear [26]. Aunque han pasado 50 años desde su descubrimiento, ninguna de estas tecnologías se ha desarrollado a gran escala debido a los altos costos de los procesos involucrados [27]. Sin embargo, la termoquímica solar sigue siendo objeto de investigación a nivel mundial debido a su alto potencial para la producción de hidrógeno, mostrando eficiencias significativas y una alta pureza del combustible.

En resumen, los ciclos termoquímicos son la aplicación de la energía solar concentrada para separar las moléculas de agua en hidrógeno y oxígeno a través de reacciones químicas secuenciales y complementarias. La base fundamental de la termoquímica solar radica en el almacenamiento de la energía solar térmica en los enlaces químicos de las moléculas generadas [28].

Se han propuesto más de 200 sistemas siguiendo este enfoque teórico, pero solo un número limitado de ellos se encuentran en fase de investigación, ya que no todos cumplen con los requisitos termodinámicos y cinéticos necesarios para su implementación práctica. En la tabla N°5 se han recopilado los procesos termoquímicos más estudiados en los últimos años[29].

	Etapas	Temperatura Máxima (°C)	Eficiencia Termodinámica [LHV* - HHV**] (%)	Eficiencia anual solar a H <sub>2</sub> (%)	Referencias
Ciclos basados en el azufre					
Híbridos Westinghouse, ISPR Mark 11	3	850	43 – 51	22	[Kolb 2008]**[Le Duigou 2007][Rosen 2010]
SI – General Atomics ISPR Mark 16	3	850	38 – 45	19	[Kolb 2008]**[Liberatore 2012][Xiao 2012]
Ciclos de baja temperatura					
Híbrido del cloruro de cobre	4	530	39 – 49	23	[Kolb 2008]**[Satlle 2009]*[Naterer 2011]
UT-3 (Ca/Fe/Br)	4	730	53 – ND	25	[Satlle 2009]*[Lee 2009][Sakurai 1996]
Óxidos metálicos volátiles					
Óxido de Zinc (ZnO/Zn)	2	2000	45 – 45	16	[Kolb 2008]** [Charvin 2008] [Sattler 2009]*
Ciclo óxido de cadmio (CdO/Cd)	2	1600	42 – 50	20	[Kolb 2008]**[Whaley 1984][Satlle 2009]*
KIER 4 (GeO <sub>2</sub> /GeO)	2	1785	ND – 47	ND	[Kang 2009]**[Xiao 2012]
Óxido de estaño (SnO <sub>2</sub> /SnO)	2	2055	ND – 42	ND	[Abanades 2008]**[Abanades-Charvin 2006]
Óxidos metálicos no volátiles					
Óxido de hierro (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /FeO)	2	2200	42 – ND	25	[Satlle 2009]*[Charvin 2007][Xiao 2012]
Sodio – manganeso (Na/Mn)	3	1560	49 – 50	21	[Kolb 2008]**[Satlle 2009]* [Kreider 2011][Botas 2012][Bayón 2012]
Na-Mn-Fe (Na/Mn/Fe)	3	1100	ND – 42	ND	[Vasano 2012][Alvani 2009]*
Ferritas de níquel (Fe/Ni)	2	1000-1400	43 – 52	25	[Kolb 2008]**[Satlle 2009]* [Fresno 2010][Gokon 2011]
Óxido de cerio (CeO <sub>2</sub> /CeO)	2	2000	68 – ND	ND	[Satlle 2009]*[Abanades 2006]
Perovskites	2	1350	ND	ND	[McDaniel 2013]

ND: se ha encontrado datos en la bibliografía

LHV: Low heating value

HHV: High heating value

**Tabla N°3:** Ciclos termoquímicos en fase de investigación. Fuente: Tesis Doctoral *Producción de hidrógeno mediante ciclos termoquímicos basados en compuestos de Na y Mn acoplados a energía solar de concentración.*

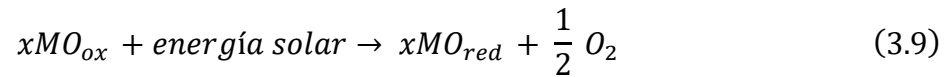
### 3.4.1 Catalizadores para procesos de dos pasos

La producción de hidrógeno a partir de la separación térmica del agua utilizando energía solar concentrada es una opción sostenible. Sin embargo, para lograr rendimientos aceptables en esta separación directa, como antes se mencionó se requieren temperaturas extremadamente altas de al menos 2500 [K]. Por lo tanto, se han desarrollado ciclos termoquímicos en múltiples etapas que permiten generar hidrógeno a temperaturas más manejables utilizando materiales y diseños de reactores adecuados.

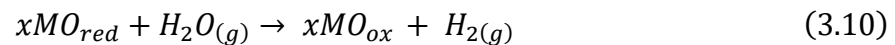
Uno de los ciclos más interesantes es el ciclo de separación de agua en dos etapas que utiliza sistemas redox. El proceso de separación del agua en dos etapas, que

utiliza óxidos metálicos,  $MO_{red}/MO_{ox}$ , como un par redox aprovechando el calor solar concentrado, se puede expresar de la siguiente manera:

- Primera etapa (generación de  $O_2$ ):

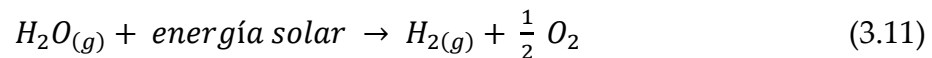


- Segunda etapa (generación de  $H_2$ ):



donde  $MO_{red}$  y  $MO_{ox}$  representan los estados reducido y oxidado del metal, respectivamente.

- La reacción neta es:



Una de las principales ventajas es que el hidrógeno y el oxígeno se producen en pasos separados, lo que significa que no es necesario realizar una separación entre el hidrógeno y el oxígeno [30].

Luego se dará a conocer en detalle diferentes experimentos basados en los 2 óxidos metálicos utilizados en este trabajo (óxido de hierro y óxido de cerio).

#### 3.4.1.1 Basado en óxido de hierro

Este ciclo implica la reducción endotérmica impulsada por la energía solar del óxido metálico magnetita ( $Fe_3O_4$ ) a alta temperatura, seguida de la hidrólisis exotérmica del óxido metálico reducido wustita (FeO) para generar hidrógeno.

El empleo de óxidos metálicos en sistemas de separación de agua para la generación de hidrógeno es una estrategia prometedora y atractiva. Algunos de estos óxidos, como las ferritas que contienen hierro, níquel, manganeso, cobalto o zinc, pueden ser reducidos a temperaturas más bajas que la magnetita ( $Fe_3O_4$ ), lo que favorece la reacción de división del agua [30].

El ciclo basado en óxido de hierro es particularmente atractivo debido a su simplicidad en términos de pasos y reactivos, lo que reduce la irreversibilidad y potencialmente mejora la eficiencia del ciclo. Además, emplea materiales no corrosivos y reacciones sólido-gas, evitando problemas de recombinación de reacciones durante el enfriamiento, como ocurre con los óxidos metálicos volátiles como los de zinc o cadmio. La teoría sugiere que el ciclo  $Fe_3O_4/FeO$  podría lograr una eficiencia teórica de alrededor del 37 [%] para la producción de hidrógeno.

En cuanto a la energía teórica requerida para producir 1 [mol] de hidrógeno en el ciclo  $Fe_3O_4/FeO$ , se considera la suma de la energía necesaria para calentar 1 [mol] de magnetita desde 600 [°C] hasta 2100 [°C] (446.51 [kJ]), la entalpía de reducción endotérmica (242.84 [kJ]) y la energía requerida para calentar agua desde 25 [°C] hasta 600 [°C] (64.9 [kJ]). Basándose en estos niveles de temperatura y en el Poder Calorífico Superior (HHV) del hidrógeno (286 [kJ/mol]), se obtiene un rendimiento teórico de energía del ciclo  $Fe_3O_4/FeO$  de 37 [%][30].

### 1) Primer Paso: Reducción solar

La reacción en este paso es la siguiente:

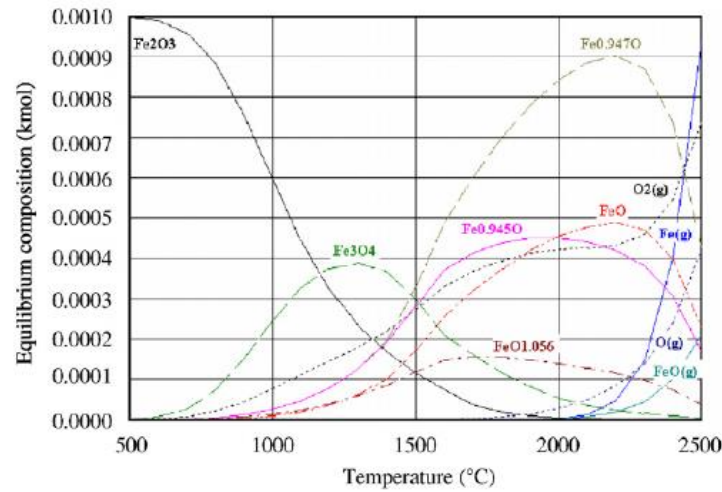


En el estudio de la reacción de reducción a alta temperatura, se realizaron investigaciones donde la conversión del óxido de hierro ( $Fe_2O_3$ ) en  $Fe_3O_4$  y FeO mediante reducción solar. El grado de conversión en equilibrio se determina como la proporción entre la cantidad de productos obtenidos y la cantidad total de productos que se obtendrían si la reacción se completara en su totalidad. Esta estimación se basa en los resultados alcanzados en el equilibrio, los cuales se ilustran en la figura 3.11 [30].

El grado de conversión se define como:

$$\eta_{conversión} = \frac{n_{FeO}}{3n_{Fe_3O_4}} \quad (3.13)$$

siendo  $n_{FeO}$  = moles de FeO obtenidos,  $n_{Fe_2O_3}$  = moles de  $Fe_2O_3$  introducidos.

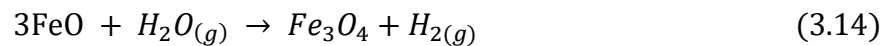


**Figura 3.11: Resultados de la composición de equilibrio del sistema Fe/O (100 [mol] de  $N_2$ , 1 [mol] de  $Fe_2O_3$ ,  $P = 1$  [bar]). Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar.**

Cuando las condiciones iniciales son 1 [mol] de óxido metálico  $Fe_2O_3$ , una presión total de 1 [bar] y una atmósfera inerte de  $N_2$  (100 [mol]) para evitar la re-oxidación.

## 2) Segundo paso: Oxidación

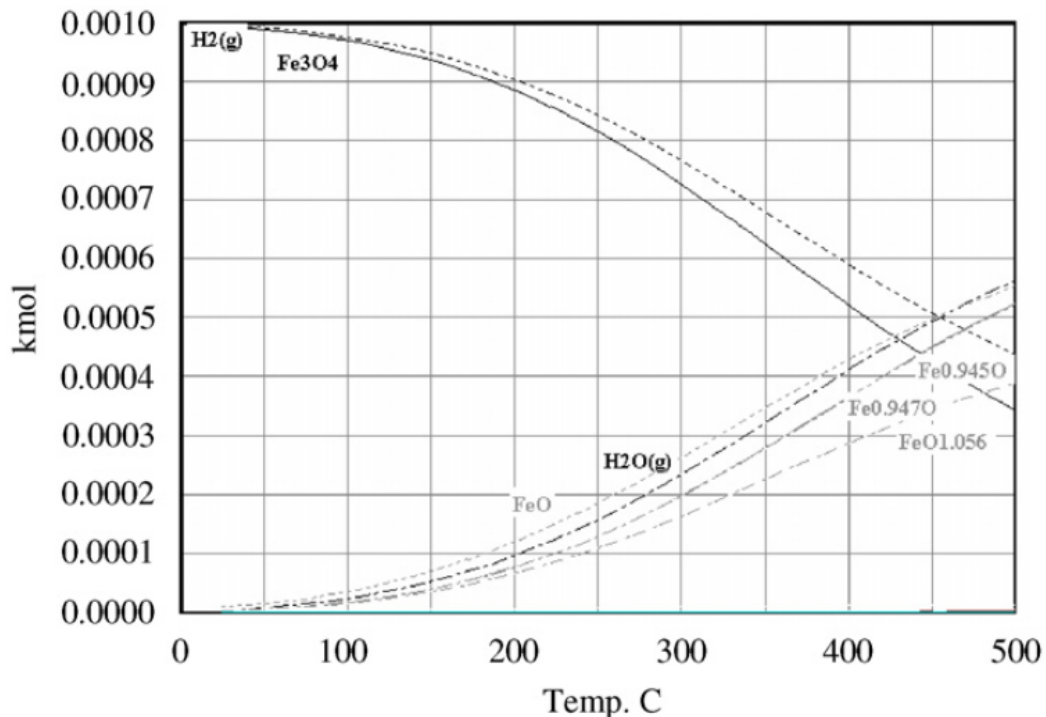
La reacción en este paso es la siguiente:



El paso de hidrólisis (reducción con vapor de agua) puede llevarse a cabo si el cambio en la entalpía libre de Gibbs del par redox del óxido de metal es mayor que el de la reducción del agua. Es decir, la reacción de división del agua con FeO sólo ocurre a temperaturas por debajo de los 800 [°C]. Por otro lado, el  $Fe_3O_4$  no tiene la capacidad de dividir el agua de manera espontánea, lo que significa que se requiere una cantidad de energía adicional para llevar a cabo la reacción ( $\Delta G > 0$ ). Como resultado, la reacción entre el FeO y el agua produce  $Fe_3O_4$ , el cual no puede seguir reaccionando con agua para formar  $Fe_2O_3$  [30].

La conversión teórica de la reacción de división del agua disminuye a medida que aumenta la temperatura, según lo dicta la termodinámica (figura 3.12). No obstante, este resultado termodinámico puede verse afectado significativamente por

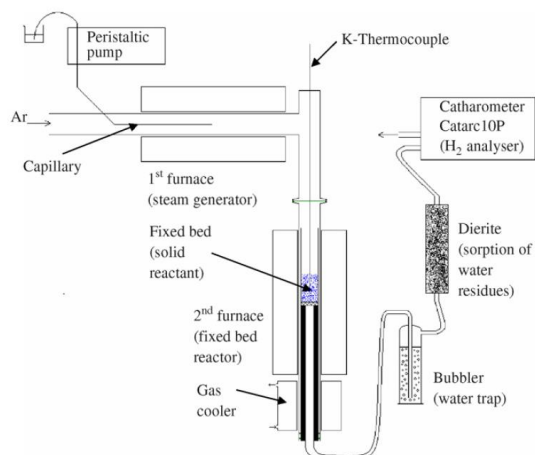
limitaciones cinéticas, por lo que es crucial validar los hallazgos termodinámicos mediante experimentos [30].



*Figura 3.12: Resultados de la composición en equilibrio del sistema Fe/O/H (3 [mol] de FeO, 1 [mol] de H<sub>2</sub>O, atmósfera de N<sub>2</sub>, P = 1 [bar]). Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar.*

### 3) Montaje usualmente utilizado

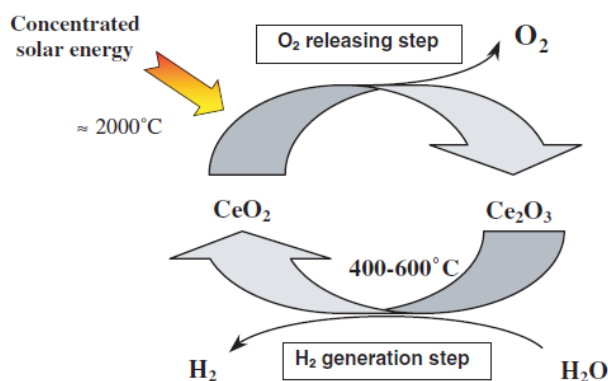
Para este tipo de experimentos, se genera vapor utilizando una caldera alimentada por una bomba peristáltica y un capilar de acero inoxidable. El vapor se transporta con el gas inerte a través de un lecho reactivo fijo. El gas de salida se enfría y trata en un dispositivo con burbujeador y secador o trampa de agua para obtener una mezcla seca de gas inerte e hidrógeno. Se utiliza un analizador de gases para medir en línea la fracción molar de hidrógeno en el gas de salida. Como se observa en la figura 3.13.



**Figura 3.13: Montaje experimental utilizado para reacciones de separación de agua. Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar.**

### 3.4.1.2 Basado en óxido de cerio

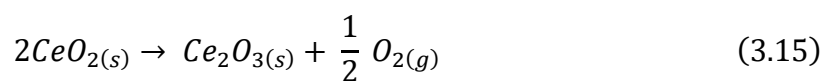
El ciclo termoquímico de dos pasos basado en los óxidos de cerio es representado en la Figura 3.14.



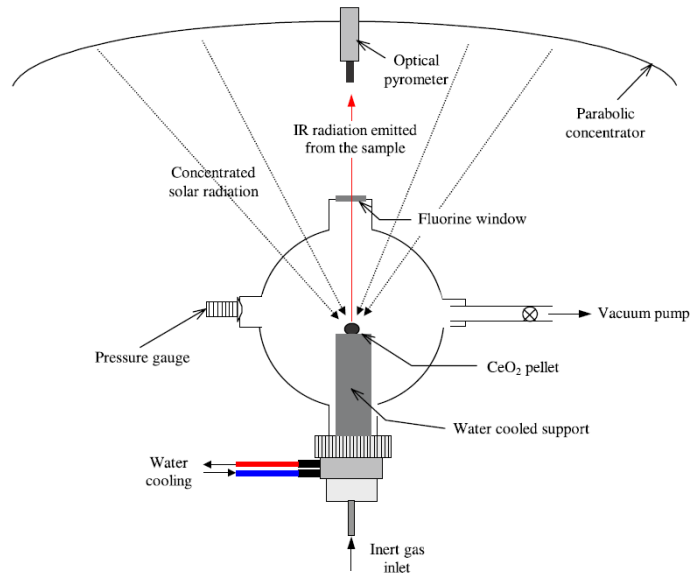
**Figura 3.14: Esquema del ciclo de división del agua de dos pasos basado en el sistema  $CeO_2/Ce_2O_3$ . Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar.**

#### 1) Primer paso: Reducción

La reacción en este paso es la siguiente:



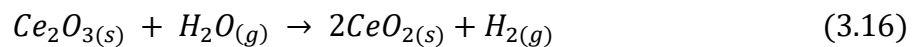
El primer paso del ciclo, conocido como el paso de liberación de  $O_2$ , es altamente endotérmico, requiriendo una cantidad considerable de energía ( $\Delta H = 198$  [kJ/mol]  $CeO_2$  a 2300 [K]), la cual es suministrada por la energía solar. Este paso fue investigado en un reactor solar ubicado en el foco de un horno solar de eje vertical con un concentrador. El reactor estaba construido con una cubierta de vidrio que mantenía una atmósfera inerte controlada para los experimentos figura 3.15.



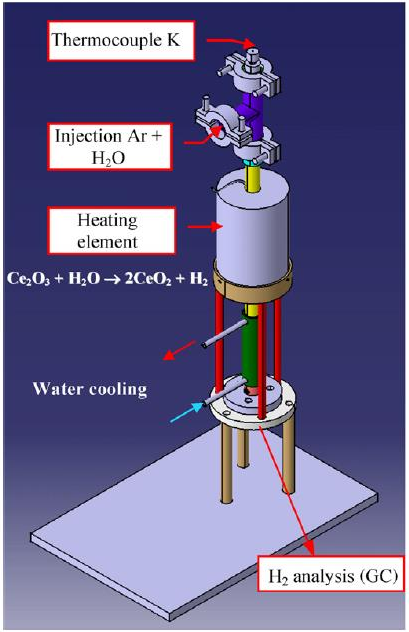
**Figura 3.15: Reactor solar utilizado para reducir  $CeO_2$  bajo una atmósfera controlada. Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar.**

## 2) Segundo paso: Reducción

La reacción en este paso es la siguiente:

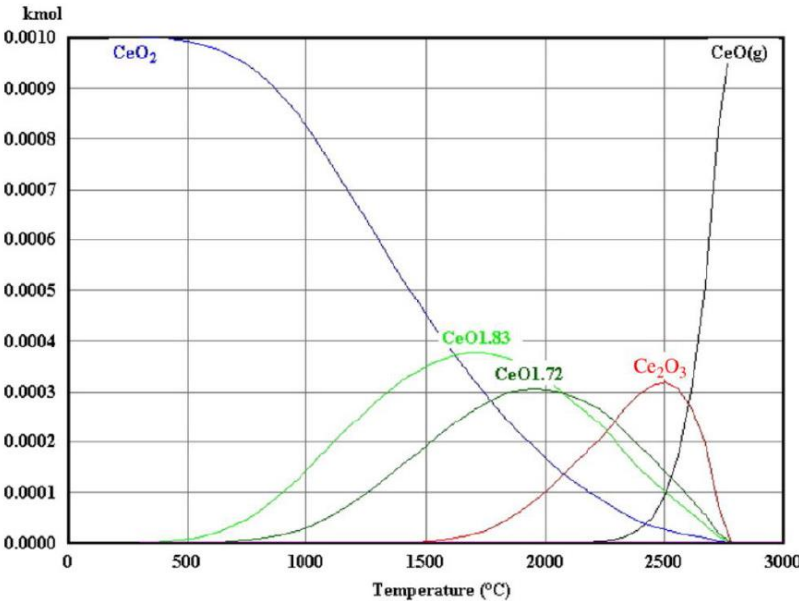


En cuanto al segundo paso, conocido como la reacción de hidrólisis de vapor, es exotérmico ( $\Delta H = -125$  [kJ/mol] a 700 [K]). La síntesis de hidrógeno a partir de este paso se llevó a cabo en un lecho fijo que fue calentado eléctricamente (figura 3.16). De esta manera, el oxígeno y el hidrógeno se producen en etapas separadas, lo que elimina la necesidad de una separación adicional de gases durante el proceso.



*Figura 3.16: Reactor experimental para la producción de hidrógeno a partir de agua y  $2CeO_{2-x}$  (paso 2). Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar.*

Un aspecto importante de este ciclo es que no presenta reacciones secundarias que puedan generar productos no deseados, lo cual contribuye a mantener una alta eficiencia del proceso y una menor complejidad. La termodinámica predice que la formación de  $Ce_2O_3$  inicia a partir de los 1500 [°C], aunque coexiste con  $CeO_{1,72}$  y  $CeO_{1,83}$  formados a temperaturas más bajas (figura 3.17)[31].



*Figura 3.17: Composición en equilibrio del sistema CeO2 (P = 200 [mbar], atmósfera de N2). Fuente: Laboratorio de procesos, materiales y Energía Solar.*

### 3.5 Concentración de radiación solar

Este método se basa en la captura, reflexión y enfoque de la radiación solar con el propósito de dirigirla hacia áreas pequeñas, lo que resulta en un incremento en la densidad de flujo radiativo por unidad de superficie.

Se encuentran dos definiciones matemáticas de concentración de radiación solar. La primera es de naturaleza geométrica y se define como la relación entre el área de apertura y el área de superficie de absorción[32]:

$$C_{geométrica} = \frac{A_{apertura}}{A_{absorción}} \quad (3.17)$$

y se conoce como concentración geométrica. Por otro lado, se puede definir en términos de la razón entre las intensidades de radiación en la apertura y en la absorción,

$$C_{flujo} = \frac{I_{apertura}}{I_{absorción}} \quad (3.18)$$

este caso, se le conoce como concentración de flujo. Si bien, la concentración de flujo es utilizada apropiadamente en trabajos fotovoltaicos, la definición geométrica se adapta de mejor manera para temáticas de concentración de radiación solar.

#### 3.5.1 Límite termodinámico de concentración solar

En el contexto de la concentración solar, el ángulo de radio  $\theta_a$  juega un papel crucial, representando el rango angular en el cual la mayoría de los rayos inciden en el colector. Se busca que la radiación en el intervalo  $|\theta| \leq |\theta_a|$  impacte sobre la abertura con  $A_{apertura}$ . Sin embargo, en este caso real, el diámetro angular del sol, influido por sus dimensiones y distancia a la Tierra, impone un límite máximo a la concentración.

Aunque la concentración solar podría parecer inicialmente un asunto puramente óptico, las restricciones termodinámicas deben ser consideradas. Si se concentrara la radiación solar en un receptor extremadamente pequeño, la temperatura del receptor podría superar la del sol, lo que contravendría la segunda ley de la termodinámica.

En este análisis, se consideran dos cuerpos negros con áreas  $A_1$  y  $A_2$ , y temperaturas  $T_1$  y  $T_2$  respectivamente, asumiendo que están en un entorno al vacío y que solo existe transferencia de calor a través de radiación. La energía emitida y luego recibida por cada cuerpo se expresaría de la siguiente manera:

$$\dot{Q}_{1-2} = F_{1-2}A_1\sigma T_1^4 \quad (3.19)$$

$$\dot{Q}_{2-1} = F_{2-1}A_2\sigma T_2^4 \quad (3.20)$$

donde  $\sigma$  es la constante de Stefan-Boltzmann:  $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} [Wm^{-2}K^{-4}]$  y con los factores de forma  $F_{1-2}$  y  $F_{2-1}$  como el porcentaje de radiación emitida por una superficie y alcanzada por la otra. En el caso de un equilibrio termodinámico, se tiene que la transferencia neta de calor es igual a cero:

$$\dot{Q}_{12} = \dot{Q}_{1-2} - \dot{Q}_{2-1} = 0 \quad (3.21)$$

y es posible inducir la relación de reciprocidad que se aplica para dos cuerpos con una interacción radiativa.

$$A_1F_{1-2} = A_2F_{2-1} \quad (3.22)$$

Al aplicar este último concepto en un sistema de concentración solar (sol, apertura y absorción), se pone particular énfasis en dos de tres posibles relaciones:

$$A_{ss}F_{ss-apertura} = A_{apertura}F_{apertura-ss} \quad (3.23)$$

$$A_{ss}F_{s-absorción} = A_{absorción}F_{absorción-ss} \quad (3.24)$$

donde  $A_{ss}$  es el área de la superficie solar que emite radiación,  $A_{apertura}$  el área de la apertura y  $A_{absorción}$  el área de la superficie que absorbe la radiación concentrada.

Debido a la expresión que define la concentración geométrica (ecuación 3.17), al reemplazar las áreas con las ecuaciones 3.23 y 3.24 en función de los factores de forma se obtiene:

$$C = \frac{F_{ss-apertura}F_{absorción-ss}}{F_{apertura-ss}F_{s-absorción}} \quad (3.25)$$

teniendo como el máximo valor de concentración logrado cuando toda la radiación proveniente del sol dirigida hacia la apertura es igual a la radiación solar incidente en la absorción se tiene:

$$C = \frac{F_{ss-apertura}}{F_{apertura-ss}} \quad (3.26)$$

y si el máximo valor de  $F_{absorción-ss}$  es la unidad, se tiene que el máximo valor termodinámico de la concentración solar es:

$$C_{ideal} = \frac{1}{F_{apertura-ss}} \quad (3.27)$$

en este caso particular, al tener la fuente posicionada al infinito y ubicada simétricamente para subtender un medio ángulo  $\theta_s$  visto desde la apertura a, el factor de forma  $F_{apertura-ss}$  es:

$$F_{apertura-ss,2D} = \sin\theta_s \quad (3.28)$$

en el caso bidimensional, y

$$F_{apertura-ss,3D} = \sin^2\theta_s \quad (3.29)$$

para el caso tridimensional. Por lo tanto, los límites de concentración son:

$$C_{ideal,2D} = \frac{1}{\sin\theta_s} \quad (3.30)$$

y

$$C_{ideal,3D} = \frac{1}{\sin^2\theta_s} \quad (3.31)$$

para situaciones bidimensionales y tridimensionales, respectivamente.

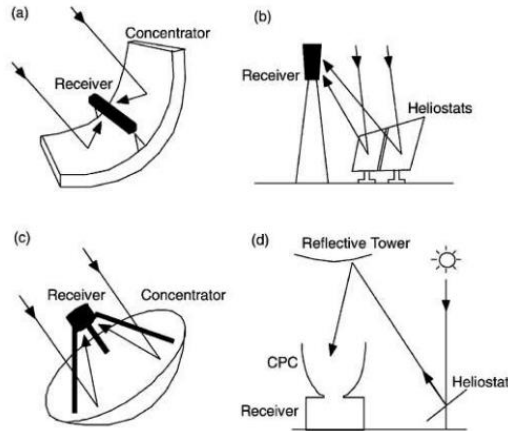
Al ser el radio angular del sol  $2\theta_s \approx 0.5366^\circ$ , al evaluar las ecuaciones 3.30 y 3.31, se tienen que los límites termodinámicos de concentración solar corresponden a 213 y 45300 para casos bidimensionales y tridimensionales, respectivamente. En la práctica, la concentración solar se ve disminuida por diversas razones:

- La mayoría de los concentradores convencionales, en particular parábolas y lentes con enfoque, poseen un diseño óptico que disminuyen el límite termodinámico por un factor de 2 a 4.
- Errores de seguimiento solar y errores en el contorno del espejo y alineación de las superficies de absorción, generan que los diseños se efectúen con un radio angular mayor al del sol.
- En la realidad no existen materiales de lentes o espejos que sean perfectamente especulares por lo que el radio angular se debe hacer aún mayor.
- Debido a la radiación dispersa, existe una proporción considerable de radiación que proviene de direcciones distintas a la del disco solar.

### 3.5.2 Sistemas de concentración solar

La reflexión destinada a concentrar la energía solar se alcanza mediante dispositivos llamados colectores solares o heliostatos, que dirigen la radiación hacia el concentrador mediante un seguimiento solar constante. Después de este proceso de obtención y reflexión, los rayos se concentran en una o varias etapas y finalmente se dirigen al componente receptor o absorbente. El enfoque de concentración depende de la configuración del sistema. A lo largo del tiempo, ha habido avances continuos en cuatro sistemas principales de concentración, esquematizados en la figura 3.18, los cuales han contribuido al aumento de la capacidad para convertir la energía solar en electricidad, energía para procesos térmicos y combustibles sintéticos. A continuación, se proporcionará una breve descripción de estos cuatro sistemas clave de concentración solar [33].

- **Canal Parabólico:** Este sistema emplea canales con forma parabólica para enfocar la radiación solar en un punto focal. El factor de concentración varía entre 30 y 100, lo que significa que la radiación en el punto focal es 30-100 veces más intensa que la radiación solar incidente. El fluido de trabajo, a menudo aceite térmico, se calienta en el rango de temperaturas de 500-700 [K] para aplicaciones de procesos térmicos.
- **Torre de Potencia Térmica:** En este enfoque, una serie de heliostatos (espejos móviles) siguen al sol y reflejan su luz hacia un receptor montado en la cima de una torre. Aquí, la radiación solar es absorbida por un fluido térmico, generalmente sales fundidas, para generar vapor que impulsa turbinas convencionales. La concentración puede variar entre 300 y 1600, y las temperaturas pueden alcanzar hasta 1600 [K].
- **Disco de Concentración:** Este sistema utiliza una geometría parabólica para redirigir y concentrar la luz solar en un punto focal. La concentración en este caso suele estar en el rango de 1000 a 5000, lo que significa que la intensidad de la radiación es considerablemente amplificada. Las temperaturas en el punto focal pueden alcanzar cerca de 1800 [K].
- **Doble Concentración:** En este enfoque complejo, se combina un campo de reflexiones con una torre de reflexión primaria y un receptor equipado con un concentrador secundario. Las reflexiones direccionan la luz solar hacia un reflector hiperbólico, y luego hacia un concentrador secundario para mejorar aún más la concentración. El factor de concentración varía entre 5000 y 10000, y las temperaturas en el receptor pueden superar los 1500 [K].



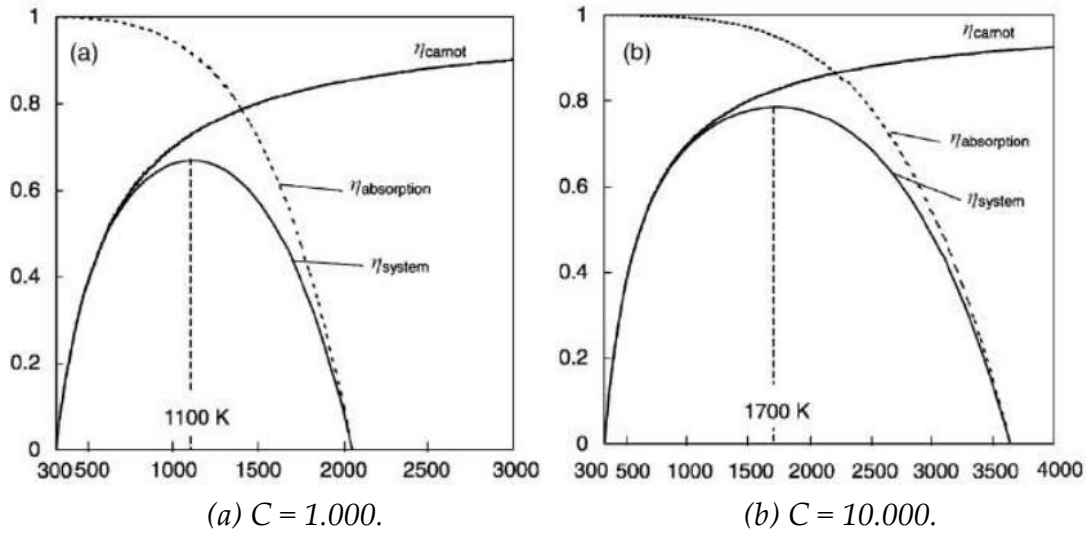
**Figura 3.18: Sistemas de concentración solar: a) canal parabólico; b) torre de potencia térmica; c) disco parabólico; d) doble concentración. Fuente: Progress in Energy and Combustion Science.**

Sin embargo, la potencia térmica recibida por el elemento de absorción se ve disminuida por las pérdidas radiativas generadas por las altas temperaturas de operación. La eficiencia de absorción se define como la tasa a la cual la energía está siendo absorbida dividida por la energía que es proveniente del sol. En el caso que no existan pérdidas por convección o conducción, la eficiencia se define como:

$$\eta_{\text{absorción}} = \frac{\alpha_s I C - \varepsilon \sigma T^4}{IC} \quad (3.32)$$

teniendo I como la intensidad de la radiación solar; T la temperatura de operación; C la razón de concentración logrado por el sistema;  $\varepsilon$  y  $\alpha_s$  son la emisividad y absorptividad del elemento receptor, respectivamente; y  $\sigma$  la constante de Stefan-Boltzmann. Por otro lado, al tener la eficiencia de Carnot como límite termodinámico, al convertir calor en trabajo, se define como la eficiencia ideal del sistema de concentración:

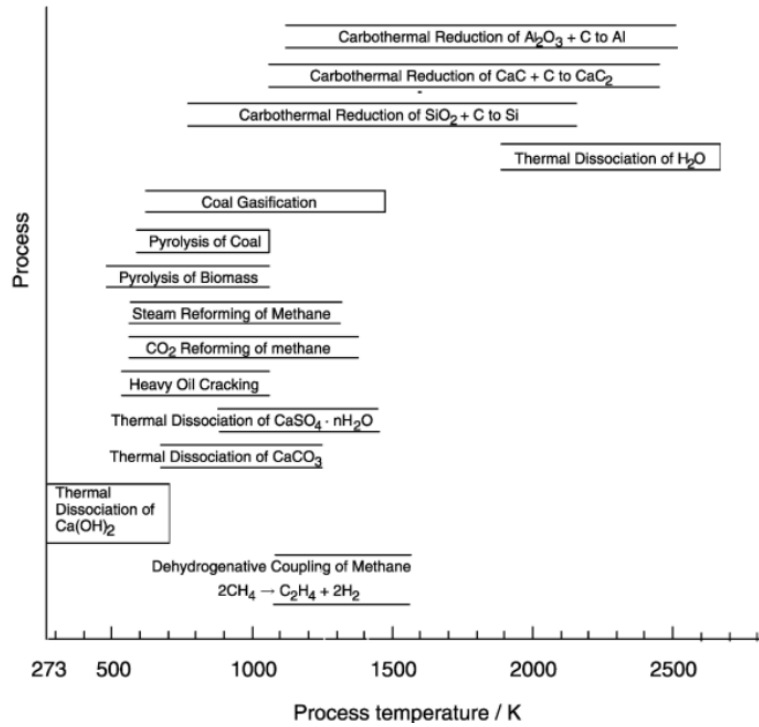
$$\eta_{\text{sistema}} = \eta_{\text{absorción}} \left( \frac{T - T_L}{T} \right) \quad (3.33)$$



**Figura 3.19: Eficiencia de absorción, del sistema y de Carnot en función de la temperatura (K), con:  $I = 1 \text{ [kWm}^{-2}\text{]}$ ,  $\alpha_s = \varepsilon = 1$  (simulando un cuerpo negro perfecto) y  $T_L = 298 \text{ [K]}$ , según las ecuaciones 3.32 y 3.33. Fuente: *Progress in Energy and Combustion Science*.**

donde  $T_L$  es la temperatura del sumidero. En las figuras 3.19 se muestran dos escenarios de eficiencia en un sistema de concentración teniendo concentraciones  $C = 1000$ ,  $C = 10000$  y  $T_L = 298 \text{ [K]}$ . De aquí se desprende que se pueden alcanzar eficiencia máximas de entre 65 y 80 [%] con temperaturas de operación de 1100 – 1700 [K].

Se indica que, para lograr convertir calor proveniente de la radiación solar concentrada en combustibles químicos, los procesos endotérmicos industriales de alta eficiencia deben alcanzar rangos de temperatura dentro de los 800 hasta los 1700 [K]. La figura 3.20, muestra los rangos de temperatura de variados procesos termoquímicos que son potenciales a ser llevados a cabo mediante la conversión solar-química. Sin embargo, existen distintas propiedades que se deben considerar al momento de comparar con procesos termoquímicos convencionales, por ejemplo, altas densidades de flujo térmico (valores que alcanzan máximos teóricos de 63  $[\text{MWm}^{-2}]$ ) y regímenes transitorios térmicos habituales ocasionados por la variación de radiación solar.



*Figura 3.20: Rango de temperaturas para distintos procesos termoquímicos.  
Fuente: Progress in Energy and Combustion Science.*

# CAPÍTULO 4

## 4. Desarrollo Experimental

En este capítulo se realizará una descripción de los equipos de los 2 tipos de catalizadores utilizados, espejo concentrador, reactor y equipos utilizados para realizar el experimento. El diagrama de tuberías e instrumentación de acuerdo con las normas ISA S5.1, ISO 10628 y BS 5070 se puede observar en la figura 2.1.

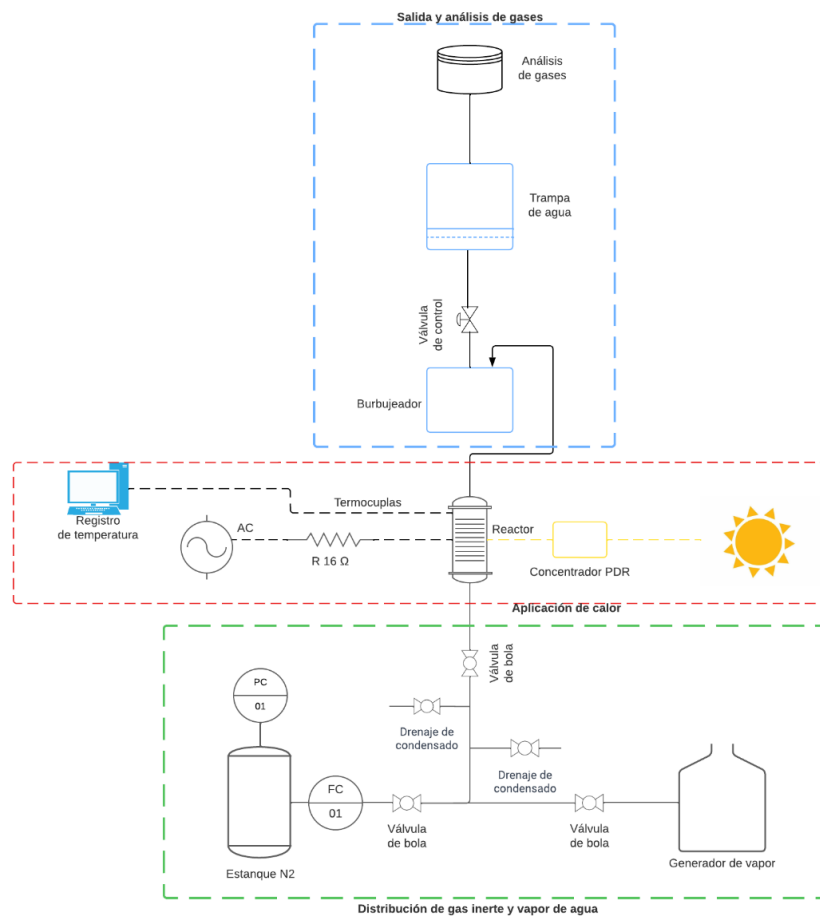


Figura 4.1: Diagrama de tuberías e instrumentación. Fuente: Elaboración propia.

## 4.1 Catalizadores utilizados

Tal y como se ha descrito anteriormente, la descomposición directa de agua resulta muy compleja debido a las condiciones extremas para llevar a cabo el proceso. Para obtener parcialmente los requerimientos energéticos, se realizó un ciclo termoquímico utilizando óxido de hierro para lograr detectar hidrógeno, y óxido de cerio para contabilizar la cantidad de hidrógeno producido.

### 4.1.1 Óxido de hierro

Los óxidos ferromagnéticos, conocidos como ferritas, son materiales cerámicos compuestos principalmente por óxido de hierro combinado con otros elementos metálicos, y exhiben propiedades magnéticas, pudiendo ser magnetizados o atraídos por imanes. La magnetita, la primera ferrita utilizada por la humanidad, fue crucial en la navegación y brújulas. El desarrollo científico y tecnológico de las ferritas comenzó en el siglo XIX y se consolidó en las décadas de 1930 y 1940, dando origen a una industria fortalecida por la manufactura de electro-electrónicos desde los años 1960.

Las ferritas se clasifican en dos categorías según su coercividad: ferritas suaves y ferritas duras. Las ferritas duras tienen alta coercividad y son difíciles de desmagnetizar, por lo que se usan en sistemas de refrigeración y altavoces. Las ferritas suaves tienen baja coercividad, lo que genera pocas pérdidas al magnetizar y desmagnetizar, haciéndolas ventajosas en diversas aplicaciones de electrónica de potencia. Sus propiedades magnéticas provienen de su estructura cristalina, donde los átomos metálicos ocupan posiciones definidas en relación con los átomos de oxígeno. Las ferritas suaves generalmente presentan una estructura cúbica del tipo espinela con fórmula genérica  $MeFe_2O_4$ , donde Me representa uno o más metales de transición como Mn, Fe, Co, Ni, Cu o Zn [34].

Para el catalizador de hierro, se emplea lana de acero comercial como se puede ver en la figura 2.1, debido a su estructura permeable que permite el flujo de ambiente inerte y vapor de agua, su alta relación área de contacto/volumen y fácil disponibilidad. Aunque su composición no es precisa, contiene más del 99% de hierro. La lana de acero fue previamente oxidada de manera controlada por el Departamento de Metalurgia de la Universidad Técnica Federico Santa María, con

una masa de 94.7 g. La descomposición prevista de este catalizador en una atmósfera inerte a 1 bar se muestra en el diagrama de descomposición del  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en la Figura 1.21.



*Figura 4.2: Catalizador óxido de hierro. Fuente: Elaboración propia.*

#### 4.1.2 Óxido de cerio

El óxido de cerio se utiliza como catalizador en varios ciclos termoquímicos para la producción de hidrógeno. Por ejemplo, existen experimentos con difosfato de sodio a  $950\text{ [}^\circ\text{C]}$  que han obtenido eficiencias del 39 %. Otro estudio de relevancia es el del óxido de cerio con ácido clorhídrico en el Laboratorio Nacional Los Álamos, aunque en este caso el ciclo consta de 8 etapas y el rendimiento conseguido es del 54 %.

El óxido de cerio (IV) o ceria es un sólido inorgánico blanco o amarillo pálido que se forma mediante la oxidación del cerio (Ce) por el oxígeno hasta su valencia 4+. Es el óxido más estable del cerio y se representa por la fórmula química  $\text{CeO}_2$ . El cerio es un elemento de la serie de los lantánidos y su fuente natural de óxido ceria es el mineral bastnasita, donde puede encontrarse en un concentrado comercial en una proporción de hasta el 30% en peso.

El óxido de cerio ( $\text{CeO}_2$ ) puede obtenerse fácilmente calentando en aire u oxígeno el hidróxido de cerio (III),  $\text{Ce(OH)}_3$ , o cualquier sal de cerio (III) como el oxalato, carbonato o nitrato. Para obtener  $\text{CeO}_2$  estequiométrico, es necesario reaccionar el óxido de cerio (III) con oxígeno elemental a temperatura elevada y en exceso de oxígeno. Durante el proceso, se forman varias fases no-estequiométricas de  $\text{CeO}_x$ , donde  $x$  varía entre 1,5 y 2,0, y también se conocen como  $\text{CeO}_{2-x}$ , donde  $x$  puede tener un valor de hasta 0,3. El  $\text{CeO}_2$  es ampliamente utilizado en la industria debido a su baja toxicidad y escasa solubilidad en agua.

Uso del óxido de cerio en la industria metalúrgica: El óxido de cerio se emplea en la

industria metalúrgica para mejorar la fiabilidad de los electrodos utilizados en ciertas tecnologías de soldadura, como la soldadura por arco de tungsteno con gas inerte. Al dispersarse finamente en la matriz del tungsteno, las partículas de  $\text{CeO}_2$  proporcionan mayor estabilidad y rendimiento al electrodo en voltajes bajos.

Uso del óxido de cerio en la industria del vidrio: En la industria del vidrio, el óxido de cerio es ampliamente utilizado como un agente de pulido altamente eficiente. Reemplaza a otros óxidos de pulido y mejora la velocidad y limpieza del proceso de pulido del vidrio. Los pulimentos comerciales basados en óxido de cerio son controlables en tamaño de partícula y dispersa en sistemas acuosos, lo que facilita su aplicación en diferentes productos de vidrio. Además, el óxido de cerio con alto grado de pureza es empleado para tratar espejos, lentes oftálmicos y material óptico de precisión, ofreciendo resultados óptimos en aplicaciones ópticas y de alta calidad [35].



*Figura 4.3: Catalizador óxido de cerio. Fuente: Elaboración propia.*

## 4.2 Concentrador Solar

Se utilizó un concentrador de disco parabólico (PDR) de alta temperatura C. A. Parsons de 900 mm de diámetro (Figura 2.3), utilizado para acumular la energía solar antes de entrar al reactor por la mirilla. Esta estructura desarrollada por un memorista anterior cuenta con un eje de giro, un tornillo sin fin que conecta la parte superior del disco con una placa metálica perforada y una tuerca para regular la

elevación. Además, cuenta con fijaciones removibles para facilitar el desmontaje del disco parabólico [36].



**Figura 4.4:** *Concentrador de disco parabólico. Fuente: Elaboración propia.*

Por otro lado, el concentrador tiene un foco ubicado a 410 mm desde el centro de este.



**Figura 4.5:** *Modelo Autodesk Inventor de la estructura soporte del concentrador de disco parabólico. Fuente: Memoria Sebastián García.*

### 4.3 Reactor

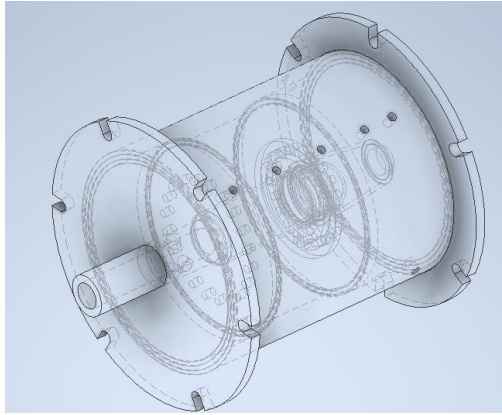
El diseño y construcción del reactor fue por parte del memorista Sebastián García, el diseño adecuado del reactor es esencial para el proceso, teniendo en cuenta las características críticas como la materialidad para evitar reacciones indeseadas. La ubicación de la mirilla determina la temperatura de estancamiento y un flujo libre sin pérdidas de carga entre gases inertes, vapor de agua y gases de reacción. La estructura debe resistir fallas de bloqueo y altas temperaturas, evitando aumentos bruscos de presión interna. Además, el diseño permitió la instalación del catalizador y facilitar mediciones en distintas etapas del proceso. Estas consideraciones garantizaron un funcionamiento óptimo y seguro del reactor para el proceso de interés.

Las características físicas del reactor se pueden apreciar en la figura 2.6, estas son las siguientes:

- El reactor está compuesto por tres cámaras interconectadas mediante agujeros, con una mirilla frontal y una reducción concéntrica Sch10 de 1 [in] a 0.5 [in] desde la mirilla hasta el eje de la segunda cámara.
- Cuenta con un acumulador central de radiación, cuatro entradas hacia la primera cámara, una salida en la tercera cámara y cuatro entradas para la instalación de termocuplas.
- El conjunto de piezas del reactor está unido mediante ocho espárragos de 8 [mm], y el volumen que contiene el catalizador es de 1,131 [cm<sup>3</sup>].
- Para el ingreso del flujo se utilizan 4 entradas con hilo de ¼ [in] NPT, pero para el experimento sólo se consideró una entrada utilizando tapones en las otras 3. Luego, el vapor ingresa a la segunda cámara a través de 20 orificios de 6 [mm] de diámetro y se retira por la misma cantidad de orificios y diámetro. Finalmente, el vapor ingresa al canal de salida a través de 4 orificios de 10 [mm] de diámetro, y se toma la muestra por el canal de 20 [mm] de diámetro que culmina en un hilo de ½ [in] NPT. Es importante tener en cuenta las limitaciones del flujo de vapor y gas inerte bajo esta relación.

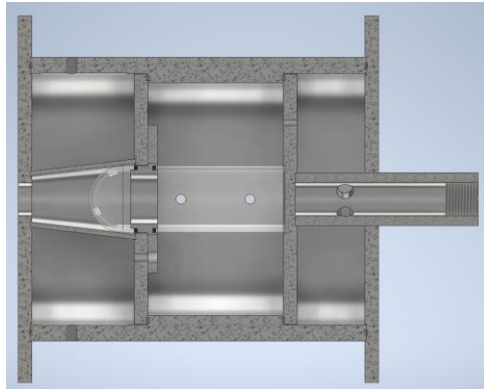
- La mirilla se dimensionó para evitar que la radiación entre en la reducción y se concentre en el cuarzo. Se considera la temperatura de estancamiento, aunque se utilizará un valor menor. Aunque se prefiere una mirilla pequeña debido al seguimiento manual del sol, se debe tener en cuenta un tiempo de regulación discreto. Para mejorar la cantidad de energía concentrada, se decidió ampliar el diámetro de la mirilla a 30 [mm].

- Para garantizar la integridad del reactor y evitar distorsiones en los datos, se empleará acero inoxidable 310 (punto de fusión a los 1100[°C]) en las estructuras de los cuatro discos, y acero inoxidable 316 (punto de fusión 880 [°C]) en el manto y reducción convexa que disminuye la apertura de la mirilla. Esto se debe a las altas temperaturas y al ambiente húmedo al que estará expuesto el reactor.



**Figura 4.6:** Esquema del reactor en representación alámbrica con aristas ocultas.

**Fuente:** Memoria Sebastián García.



**Figura 4.7:** Vista en corte del modelo Autodesk Inventor del reactor. Fuente:

**Memoria Sebastián García.**

El acumulador central es un tubo de ensayo de cuarzo de 40 [mm] de diámetro y 90 [mm] de altura, diseñado para concentrar la radiación captada. El cuarzo se seleccionó por su capacidad de soportar altas diferencias de temperatura debido a su bajo coeficiente de dilatación, así como su resistencia a valores extremos de temperatura. Además, el cuarzo posee una alta transmisibilidad en un amplio rango de longitudes de onda y un bajo coeficiente de refracción. Este tubo de ensayo se encuentra ubicado en el centro del reactor y está en contacto directo tanto con el catalizador utilizado como con la reducción concéntrica [36].

## 4.4 Estructuras de soporte para el reactor

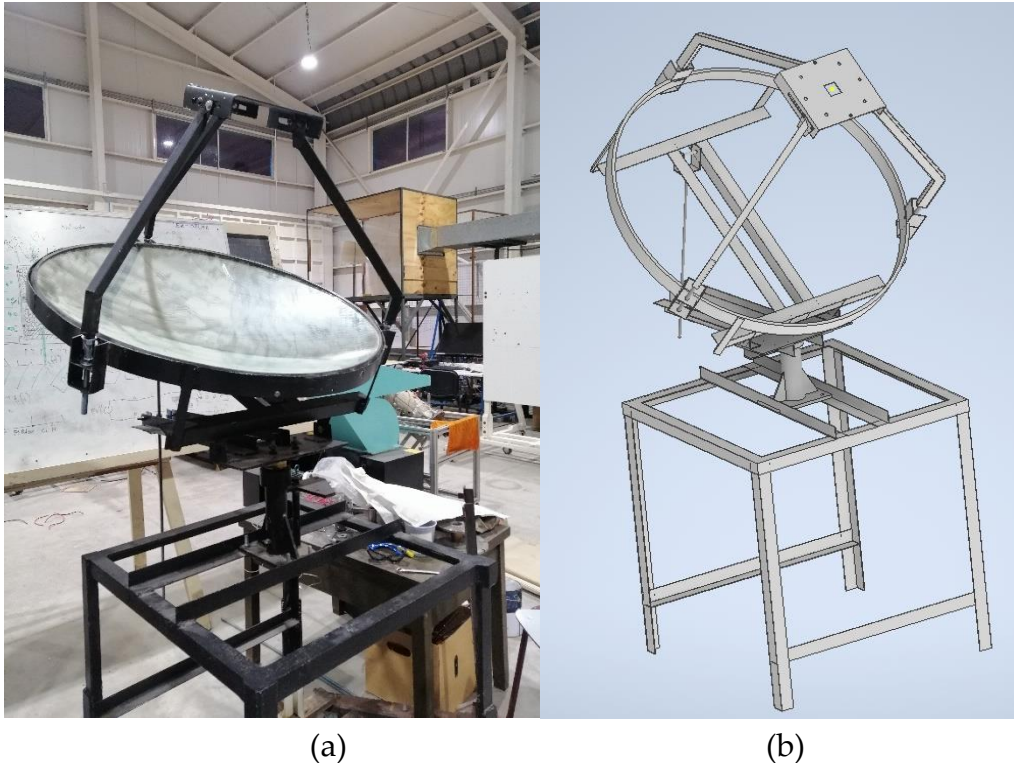
### 4.4.1 Descripción

Una de las principales recomendaciones por parte del anterior memorista Sebastián García fue el de realizar un soporte con ajuste mecánico. Debido a que el ajuste manual obtuvo errores en el seguimiento del foco del concentrador utilizando un brazo tipo L sujeto al eje de la estructura del concentrador, las fijaciones fueron del tipo H con tornillo sin fin y tuercas para inmovilizarlo en su movimiento horizontal, dónde se le incorporó una regla de medición para calibrar. Para el movimiento vertical se aplicó con una gata la que moviliza el eje vertical en relación con el horizontal como se puede observar en la figura 2.7. Para el movimiento angular del reactor, el cual debe quedar paralelo al concentrador para conservar el punto del foco [36].



**Figura 4.8:** *Primera imagen: Estructura real del brazo soporte realizado por Sebastián García. Segunda Imagen: Modelo Autodesk Inventor de la estructura soporte del reactor. Fuente: Memoria Sebastián García.*

Se priorizó el ajuste mecánico para encontrar el foco del concentrador de manera precisa, para ello se decidió realizar 3 brazos soportes de perfiles rectangulares de 30 [mm] x 20 [mm] x 2 [mm] de acero al carbono anclados mediante 3 espárragos de diámetro ½ [in] y 200 [mm] de largo elementos que aportarán a un ajuste mecánico más preciso, estos componentes de sujeción se aseguraron a soportes soldados a la estructura del anillo del concentrador, como se puede observar en las figuras 2.8, los planos y piezas utilizadas se adjuntan al apartado de anexos.

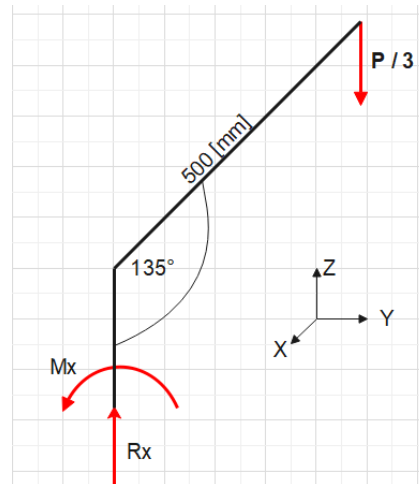


**Figura 4.9: (a): Estructura real del nuevo sistema de soporte del reactor. (b): Modelo Autodesk Inventor de la nueva estructura soporte del reactor. Fuente: Elaboración propia.**

#### 4.4.2 Análisis de esfuerzo

El análisis de esfuerzo se consideraron los siguientes parámetros: Resistencia última SAE 1020 = 300 [MPa], masa total 30 [kg]

Tomando en cuenta falla sólo por flexión, además no considerar el peso propio de los brazos y una carga  $P$  distribuida equitativamente entre los 3 brazos, es decir 98,1 [N], se realiza un diagrama de cuerpo libre como se puede apreciar en la figura 2.9.



**Figura 4.10: Diagrama de cuerpo libre brazos soporte. Fuente: Elaboración propia.**

Realizando sumatoria de fuerzas en el eje Z y sumatoria de momento en el eje X se obtiene:  $R_x = 98,1$  [N],  $M_x = 34,68$  [Nm] y un esfuerzo de trabajo =  $15,15$  [MPa].

Usando la relación XX, según teoría de falla para materiales dúctiles sometidos a flexión:

$$F. S. = \frac{\text{Resistencia última}}{\text{Esfuerzo de trabajo}} \quad (6)$$

Reemplazando se obtuvo un factor de seguridad de  $19,8$  [-].

#### 4.5 Sistema de tuberías y válvulas

Para determinar el dimensionado de las tuberías, se establecieron parámetros de operación de acuerdo con las especificaciones técnicas del equipo generador de vapor (mencionadas en el apartado 2.6 de equipos utilizados) considerando:  $\dot{m} = 25$  [gr/min], temperatura inicial =  $150$  [°C], presión inicial =  $1,05$  [bar],  $v = 1,84371$  [ $m^3/kg$ ] (obtenido por tabla de vapor sobrecalentado) y diámetro interior de tubería de  $\frac{1}{4}$  [in] por diseño del mismo equipo generador. Reemplazando estos datos en la ecuación XX y despejando la velocidad se obtuvo una velocidad máxima de  $25$  [m/s] para determinar una primera aproximación.

$$\dot{m} = \rho A V \quad (7)$$

La entrada y salida de gases del reactor tienen cambios de sección considerables, ya que se estableció sólo una entrada de  $\frac{1}{4}$  [in] para los gases y las otras 3 se encontraban selladas mediante tapones macho NPT de  $\frac{1}{4}$  [in], y la salida un hilo NPT de  $\frac{1}{2}$  [in].

De acuerdo con el diagrama de tuberías e instrumentación establecido y además las variables de estado termodinámicas requeridas para llevar a cabo el proceso, se decidieron utilizar tuberías y accesorios hidráulicos resistentes a altas temperaturas para este caso fueron de acero inoxidable 316 y mangueras de material EPDM detallados en los anexos.

El esquema se dividió en 3 zonas, la primera de distribución de gas inerte y vapor de agua, la segunda aplicación de calor al reactor y la tercera salida y análisis de gases.

- Zona 1: Distribución de gas inerte y vapor de agua
  - Para la línea de vapor de agua se posicionó tubería a la salida del vapor de agua de la caldera, posteriormente se realizó un cambio de sección, luego una mini válvula de bola en una de sus conexiones, en la otra conexión de la mini válvula se unió otro conector macho para enlazar tubería y juntar a unión tee por la izquierda.
  - Para la línea de nitrógeno, está compuesta por un manómetro a la salida de flujo del estanque de gas el cual previamente se ajustó a los barrotes de protección de las instalaciones del LER, posteriormente se unió tubería al conjunto del flujómetro, luego en la salida del conjunto se conectó tubería y 2 curvas de cambio de dirección, donde finalmente la línea termina con mini válvula de bola conexión con conector macho de en ambos lados y conexión de tubería de diámetro exterior enlaza a la unión tee mencionada en el punto anterior por la derecha.
  - A fin de dirigir ambos gases al reactor, en la salida de la unión tee (hacia abajo), se conectó tubería, luego se unió la tubería a otra unión tee con el fin de acumular el condensado de vapor (hacia abajo) y continuación del flujo

(hacia arriba). Para el condensado de vapor inferior, se conectó a la unión tee una tubería la que se unió a una válvula de bola de acero inoxidable mediante un conector macho.

- Para la continuación de flujo de gases, se conectó a la unión tee una manguera de vapor de material EPDM mediante el siguiente conjunto: tubería que se unió a un conector hembra, unión macho, bushing y conector hembra giratoria 90°, donde la manguera se introduce al conector y se realiza un sello para evitar fugas mediante abrazadera. En la otra punta de la manguera se unió un adaptador hembra giratoria donde también se ajustó mediante abrazadera. Para el condensado de vapor superior, se enlazó a la tee superior una llave de bola de latón.

- Zona 2: Aplicación de calor
  - El adaptador se enlazó a una unión macho que se junta a un conector hembra, este último se une a tubería para finalizar con un conector hembra que a su vez se une a un niple a la entrada del reactor.
- Zona 3: Salida y análisis de gases
  - Para la salida de los gases se conectó un bushing para enlazar un conector hembra a tubería, posteriormente se enlazó tubería a manguera de cristal transparente mediante abrazadera a la tubería, luego se unió la manguera al tubo de vidrio acoplado a un burbujeador, se conectó otra sección de manguera de cristal transparente a trampa de agua y en la salida de la trampa se insertó una última sección de manguera hacia el analizador de gases.

## 4.6 Equipos utilizados

### 4.6.1 Generador de vapor

El generador de vapor de la serie E de Cellkraft es una herramienta única para obtener un flujo preciso de vapor limpio mediante el control de líquidos en un evaporador. Esta tecnología permite generar con precisión pequeños flujos de vapor y controlar la temperatura para evitar sobrecalentamientos. La unidad es compacta, silenciosa y completamente automática, ideal para este proceso.

Las características técnicas se pueden apreciar en la tabla N° 6, el manual de operación se adjunta en los anexos.

	E-1500	E-3000	E-6000
<b>Steam flow</b>			
Control range (g/min)*	0...25	0...50	0...100
Minimum stable flow (g/min)	0.5	1	2
Flow accuracy (steady state)	±1 % of Full Scale ± 1 % of Present Value		
Transient accuracy (<15 min after setpoint change)	± 5% of Full Scale		
<b>Steam temperature</b>			
Range (optional)	100...200 °C	100...200 (400) °C	
Accuracy	±2 °C		
<b>Steam pressure</b>			
Pressure	1...6 bar(a) or free def. between 0 (vacuum)...15 bar(a)		
<b>Liquid supply</b>			
Water quality	Deionised or distilled (max 10µS / cm)		
Suction capacity of inlet water	1 m		
Pressure of inlet water	Atm (1-2 m water column recommended)		
Pressure of inlet water (option)	0...5 bar(g)		
<b>General</b>			
Power	1500 W	3000 W	6000 W
Ambient temperature in use	+5... +45 °C		
Ambient temperature storage	-40... +60 °C		
Start-up time	5 min		
Wetted materials	PTFE, Stainless steel, (PEEK, EPDM)		
Certification	CE certified		
<b>Mechanical</b>			
WxHxD standard bench top version	191.6x353x331 mm	281x471x391 mm	281x471x391 mm
WxHxD wall mount version	500x500x300 mm		
Weight	Approx 9 kg	Approx 20 kg	Approx 23 kg
Liquid inlet	Swagelok® 6 mm. At request 1/4"		
Steam outlet	Swagelok® 6 mm At request: 1/4"	Swagelok® 12 mm At request: 1/2"	
<b>Power and signals</b>			
Power	208-230 V single phase, 50-60 Hz		400 VAC 3 Phase+N+PE, 50-60 Hz**
Fuse	10 amp	16 amp	
Remote control digital (optional)	Standard: Modbus TCP (At request: Modbus RTU, RS 232, RS 485) Open source Java-based software included.		
Remote control analogue (optional)	4...20 mA		

\* At >220 VAC. Below this voltage max capacity is reduced. \*\* US version: 208 VAC (L to L), 50-60 Hz, three phase+ground.

*Tabla N°4: Datos técnicos del generador de vapor. Fuente: Cellkraft.*



*Figura 4.11: Generador de Vapor E – 1500 Cellkraft. Fuente: Elaboración propia.*

#### 4.6.2 Variador de voltaje

Considerando la masa del reactor y que el concentrador no podría alcanzar una temperatura óptima, se decidió utilizar un variador de voltaje proporcionado por el departamento universitario de electricidad de la Universidad Campus Viña del Mar, creado por un ex memorista, sus características son las siguientes: 380 [V], 50 [A], con regulación de contacto directo.



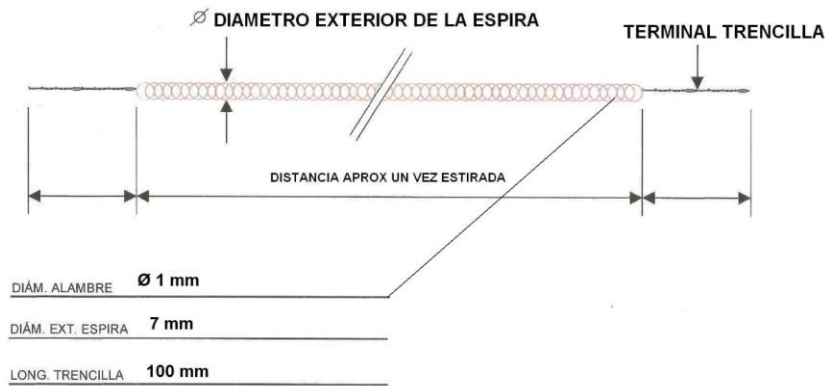
*Figura 4.12: Variador de voltaje. Fuente: Elaboración propia.*

#### 4.6.3 Camisa eléctrica

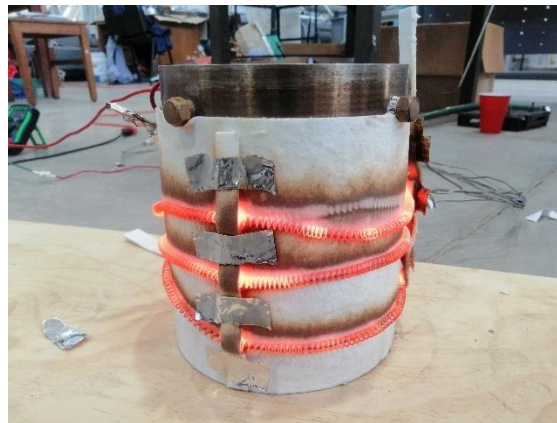
Debido a que la energía concentrada por parte del receptor solar no era lo suficiente para poder realizar el experimento (explicación en los siguientes puntos), se decidió utilizar un resistencia de Kanthal A-1, conocida por su fórmula química  $\text{FeCrAl}$ , es una aleación ferrítica de hierro-cromo-aluminio que muestra una alta resistividad y una excelente capacidad para resistir la oxidación. Esta aleación puede ser empleada en ambientes de altas temperaturas, llegando hasta los 1300 [°C].

Kanthal A-1 se destaca por su aplicación en elementos de calentamiento eléctrico en hornos de alta temperatura, y encuentra uso en diversas industrias como el tratamiento térmico, cerámica, vidrio, acero y electrónica. Sus propiedades hacen de esta aleación una opción confiable y duradera en aplicaciones que requieran resistencia a altas temperaturas y una buena resistencia a la oxidación [37].

Las características geométricas de la resistencia se detallan en la figura 2.11, donde cada espiral se encontraba unida mediante prensado, para alcanzar a envolver el reactor de manera uniforme por todo su manto se estiró la resistencia como se puede observar en la figura 2.12.



**Figura 4.13: Plano geométrico de fabricación de la resistencia de Kanthal A-1 utilizada. Fuente: Fabrestel.**



**Figura 4.14: Distribución de la resistencia en manto del reactor. Fuente: Elaboración propia.**

#### 4.6.4 Controlador de flujo másico

El control preciso del flujo de nitrógeno como gas inerte es crucial para mantener condiciones óptimas de reacción y obtener una producción de hidrógeno consistente y de alta calidad, para ello se utilizó el controlador de flujo marca Aalborg modelo GFC – 37.



**Figura 4.15: Controlador de flujo utilizado Marca Aalborg modelo GFC – 37.**

**Fuente: Elaboración propia.**

#### 4.6.5 Estanque de nitrógeno

El nitrógeno actúa como un gas no reactivo que evita la re-oxidación del catalizador y otros componentes del sistema. Al mantener un flujo controlado de nitrógeno en el reactor, se crea un ambiente inerte que previene la formación de subproductos no deseados y asegura la eficiencia del proceso de reducción. En este caso se utilizó un estanque de nitrógeno de alta pureza a 200 [bar] de presión.



**Figura 4.16: Estanque de nitrógeno. Fuente: Elaboración propia.**

## 4.7 Sistema de medición y registro

Es de vital importancia medir y registrar todas las variables involucradas en los experimentos, asegurando resultados confiables y coherentes. Estas variables incluyen la temperatura en diferentes puntos del reactor la irradiación global en la ubicación geográfica al momento de la toma de datos y mediciones eléctricas.

A continuación, se detallarán las características de medición y registro utilizado.

### 4.7.1 Temperatura

En este estudio, se emplearon un total de 8 termopares tipo K, capaces de medir temperaturas dentro de un rango de  $-200$  [°C] a  $1200$  [°C], con un error de medición de  $0,75$  [%] o  $2,2$  [°C] (el mayor de ambos)[38]. Cada cable de termopar se prolongó con una extensión de termocupla para alcanzar el datalogger, y las polaridades de cada cable se conectaron mediante regletas, registrando las temperaturas de diferentes puntos del reactor cada 2 segundos y un registro utilizando el software DAQ CENTRAL.

El orden de las termocuplas fue el siguiente:

- T1, T2, T3 y T4: en el interior del reactor.
- T5: en la salida de gases.
- T6: manto cerca del soporte.
- T7: resistencia eléctrica.
- T8: mirilla.

### 4.7.2 Radiación

Para medir la radiación global en la ubicación de los experimentos, se empleó un piranómetro de la marca Kipp & Zonen, modelo CMP10, colocado horizontalmente. Este modelo tiene una sensibilidad de medición de  $9.5$  ( $W \mu V^{-1} m^{-2}$ ) y un error de medición inferior al 1%. Se conectó a un datalogger separado del utilizado en las mediciones del calorímetro, siendo este datalogger un Omega modelo OM-DAQ-USB-2400 SERIES, vinculado a una computadora en una oficina del laboratorio. La

frecuencia de registro de la radiación global fue de 1 Hz. Para más información técnica sobre este instrumento, consultar el Anexo C.

#### 4.7.3 Mediciones eléctricas

Para realizar un buen control y determinar un registro de las etapas del ciclo termoquímico (reducción y oxidación) mediante medición de temperatura, también se realizaron mediciones de amperaje y voltaje mediante multímetro digital Cat.3 SCHNEIDER ELECTRIC IMT 23222 Thorsman.



*Figura 4.17: Multímetro digital Cat.3 SCHNEIDER ELECTRIC IMT 23222 Thorsman. Fuente: Elaboración propia.*

#### 4.7.4 Detector de hidrógeno

Para las pruebas realizadas con óxido de hierro se necesitaba percibir moléculas de hidrógeno, por eso se utilizó el equipo JUMTEC GS-400, donde su función es entregar la medición de hidrógeno en PPM.



*Figura 4.18: Arreglo de medición para detectar hidrógeno con equipo Jumtec GS-400. Fuente: Elaboración propia.*

#### 4.7.5 Analizador de gases

Al llevar a cabo las pruebas con óxido de cerio, para tener un registro y análisis de la cantidad de oxígeno e hidrógeno producido se utilizó el equipo Testo 350.



*Figura 4.19: Analizador de gases Testo 350. Fuente: Elaboración propia.*

### 4.8 Diseño experimental

#### 4.8.1 Protocolo montaje y puesta en marcha reactor/concentrador WS

El siguiente documento detalla los pasos a seguir para realizar el montaje del reactor de Water-Splitting (WS) en el concentrador solar parabólico, ambos ubicados la Universidad Técnica Federico Santa María (UTFSM) en el Laboratorio de Energías Renovables (LER) en Viña del Mar, además del montaje y calibración de los sistemas auxiliares, se explica el procedimiento para la puesta en marcha del sistema de generación de hidrógeno y los ensayos experimentales, se recomienda trabajar con un mínimo de 2 personas para realizar el montaje completo.

##### **a) Montaje y uso Concentrador solar**

Previo a realizar el paso a paso de *Montaje y Uso Concentrador solar*, revisar que todas las herramientas y materiales se encuentren disponibles, para ello revisar Anexo N°1.

1. Limpiar espejo con limpiavidrios y paño.

2. Colocar espejo y posicionar piezas de apriete (3 piezas compuestas por: perfil L, perno, golilla de apriete y tuerca). Ajustar paulatinamente todas las piezas a la vez, para tener un ajuste lo más centrado posible.
3. Situar protección en espejo para el resguardo de este mismo, y también evitar reflejo de luz.
4. Colocar brazos en estructura del concentrador. Dejar a la menor altura posible los brazos utilizando espárragos, para facilitar montaje de reactor. Este ajuste puede ser manual o utilizando llave de 19 mm.



*Figura 4.20: Montaje de reactor. Fuente: Elaboración Paula Rojas.*

5. Levantar reactor utilizando tecele manual (reactor debe estar listo para montaje, leer *preparación de reactor pre-montaje*). **MEDIDAS A CONSIDERAR: NO** pararse bajo el reactor mientras se levanta, cuidar que al menos una de las patas del tecele estén abajo ya que esto sirve como contrapeso, y cuidar **SIEMPRE** que no se caiga hacia adelante.
6. Levantar el reactor a una altura óptima, para que su ajuste utilizando los brazos y que sea lo más sencillo posible.
7. Colocar tuercas, golillas y pernos de soporte de reactor en parte superior de los brazos.
8. Iniciar apernado parcial de los brazos 2 y 3 con apriete manual. Luego, de ser necesario, levantar brazos 2 y 3 levemente utilizando espárragos para facilitar apernado de brazo 1 con apriete manual. Una vez que estén todos apretados, realizar apriete paulatino con llave de 13 mm hasta completar el apriete. Por

agujero se tiene un perno, una golilla chica, una cuadrada, una grande y una de apriete, y una tuerca.



*Figura 4.21: Pletina soporte a brazos. Fuente: Elaboración propia.*

9. Realizar ajuste focal teórico de 405 mm, esta distancia se considera desde el centro del concentrador hasta el centro de la mirilla, para verificar la medida se utiliza un plomo de latón el cual mediante gravedad debe apuntar al centro del concentrador. Hay que considerar que el espejo debe estar en posición horizontal (mover espárragos de brazos y ajustar en soporte si es necesario).
10. Cubrir y ubicar cableado, guiándolo por brazos, evitando que generen sombras adicionales, y dejando libertad de movimiento para ajuste de foco.
11. Cubrir y ubicar piping (piping debe estar listo para montaje, leer *preparación de piping pre-montaje*), guiándolo por brazos, evitando que generen sombras adicionales, y dejando libertad de movimiento para ajuste de foco.
12. Mover Sistema al exterior; ubicar dónde el recurso solar sea lo mejor posible.
13. Utilizar piranómetro en superficie plana (siempre el mismo) para ver recurso solar disponible.
14. Ajustar altitud y azimut del concentrador solar.
15. Conectar termocuplas a dataloger y conectar resistencia eléctrica a variac (Variac debe estar listo para energizar resistencia, leer *preparación de variac pre-montaje*).
16. Conectar alargador trifásico a red eléctrica, pero no a variac.

## **b) Preparación de reactor Pre-Montaje**

Previo a realizar el paso a paso de *Preparación de reactor pre-montaje*, revisar que todas las herramientas y materiales se encuentren disponibles, para ello revisar Anexo N°2.

1. Pegar con pegamento de alta temperatura varillas de termocuplas a lo alto del reactor, a una distancia aproximada de 4 cm entre ellas, lo cual será utilizado como aislante eléctrico para poder montar la resistencia eléctrica.



**Figura 4.22: Sistema de varillas cerámicas en el reactor. Fuente: Elaboración Paula Rojas.**

2. Colocar cúpula de cuarzo en pieza *asiento* con empaquetadura correspondiente y pegamento de alta temperatura en este mismo, evitando ensuciar la cúpula de cuarzo.



**Figura 4.23: Instalación de cúpula en pieza de asiento. Fuente: Elaboración de Paula Rojas.**

3. Una vez secado el pegamento, utilizando pegamento de alta temperatura pegar tubo de cuarzo en cara contraria de la cúpula de cuarzo y esperar que seque.
4. Ajustar pieza *asiento* en plato del reactor (disco 1) con tuercas correspondientes; ajustar paulatinamente para evitar esfuerzos concentrados (ensamble 1).



*Figura 4.24: Ajuste de pieza de asiento en reactor. Fuente: Elaboración de Paula Rojas.*

5. En disco 2, colocar empaquetadura con pegamento en posición donde debe quedar ubicado el tubo de cuarzo una vez montado disco ensamble 1 en el manto.
6. Colocar disco 2 en manto del reactor, con empaquetaduras correspondientes y pegamento de alta temperatura en este mismo (ensamble 2). Hay que considerar que entre estas piezas hay dos topes, donde ambos deben tener empaquetadura. Utilizar pieza soporte del reactor para pasar espárragos por disco 2 y el soporte, con el fin de apretar unión entre mando y disco. Espárragos deben ser posicionados de tal forma que no se salgan y el apriete sea efectivo. Al montarlos, colocarlos de forma paulatina para no generar esfuerzos concentrados.



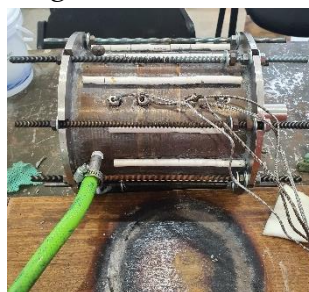
*Figura 4.25: Montaje de espárragos al reactor. Fuente: Elaboración propia.*

7. Colocar oxido a utilizar dentro del manto, dejando espacio para que tubo de cuarzo entre.



**Figura 4.26: Óxido de hierro utilizado. Fuente: Elaboración propia.**

8. Juntar ensamble 1 y 2. Para ello se debe de colocar empaquetadura y pegamento de alta temperatura en las dos juntas que hay entre los ensambles. Además, se debe de colocar pegamento en tubo de cuarzo. Al realizar montaje, cuidar que tubo de cuarzo no pase a llevar alguna de las termocuplas del manto. Continuar utilizando espárragos para apriete, pero únicamente entre discos; dejar de utilizar soporte de reactor.
9. Una vez que pegamento esté seco, sopletear manto y discos para tener un mejor curado del pegamento.
10. Realizar prueba de estanqueidad. Para ello se debe de tener un flujo máximo de aire a 1 bar de presión. Ingresar flujo por entrada de aire, mientras que la salida debe de estar cerrada. Aumentar caudal paulatinamente, teniendo la precaución de que la cúpula puede salir por la milla en caso de que se despegue o rompa. Mientras se tenga flujo de aire, cubrir con agua jabonosa uniones en búsqueda de fugas.



**Figura 4.27: Prueba de estanqueidad. Fuente: Elaboración de Paula Rojas.**

11. Una vez finalizada la prueba de estanqueidad, secar manto, y repasar uniones con pegamento de alta temperatura, con énfasis en las fugas encontradas.
12. Una vez seco el pegamento, sopletear manto una vez más.
13. Colocar resistencia eléctrica en reactor. Para ellos, pasar la resistencia entre los espárragos y las varillas cerámicas pegadas para no soltar espárragos.

Resistencia debe quedar lo más céntrica posible; esta alcanza a dar 2 vueltas, por lo que se debe de iniciar el enrollado en el espacio superior o inferior de las termocupas, para luego pasar por la faltante.



*Figura 4.28: Montaje de resistencia eléctrica. Fuente: Elaboración propia.*

14. Colocar termocupas tipo K en resistencia eléctrica, en manto del reactor y en disco con aporte solar.
15. Colocar aislante en el manto del reactor. Utilizar manto de fibra de vidrio o similar. Para ello, ir soltando de a uno los espárragos. Además, colocar trozos de varillas de cerámica para evitar posibles contactos entre los espárragos y la resistencia eléctrica. Finalmente, colocar cinta metálica alrededor del manto cerámico para evitar que este se salga.



*Figura 4.29: Aislante en reactor. Fuente: Elaboración propia.*

16. Colocar aislante en cara de gases de salida del reactor.
17. Uno a uno, revisar que los espárragos se encuentren en la posición correcta para poder colocar el soporte del reactor. Dejar la mayor holgura posible de los espárragos en la parte trasera del reactor (salida de gases). Al reactor, los espárragos deben de estar afirmados por un juego de golillas y tuercas por las caras exteriores de los discos, mientras que el par restante debe de estar disponible para apretar el soporte del reactor, debiendo de haber un juego para cada cara de este.
18. Dejar tuercas para soporte del reactor a una distancia de 1 cm entre ellos (distancia entre perno de disco y perno de soporte). Este valor se puede ajustar en caso de ser necesario para ubicar el foco del concentrador.



**Figura 4.30: Ajuste de tuercas a pletina soporte del reactor. Fuente: Elaboración propia.**

19. Colocar soporte del reactor. En caso de que este no entre directamente, soltar levemente los espárragos. Una vez colocado el soporte, apretar paulatinamente las tuercas utilizando llaves de 13 mm.
20. Una vez cumplidos los pasos anteriores, el reactor junto a su soporte se encuentra listo para ser montado en el soporte del concentrador.

### **c) Preparación piping pre-montaje**

Previo a realizar el paso a paso de *Preparación piping pre-montaje*, revisar que todas las herramientas y materiales se encuentren disponibles, para ello revisar Anexo.

1. Para la línea de vapor de agua posicionar tubería de diámetro exterior  $\frac{1}{4}$ " y largo de 400 mm a la salida del vapor de agua de la caldera, posteriormente realizar un cambio de sección mediante un conector macho con diámetro de

tubo exterior de  $\frac{1}{4}$ " y rosca NPT  $\frac{3}{8}$ ", luego unir miniválvula de bola conexión NPT  $\frac{3}{8}$ " mediante conector macho de con diámetro de tubo exterior de  $\frac{3}{8}$ " y rosca NPT  $\frac{3}{8}$ " en una de sus conexiones, en la otra conexión de la miniválvula unir otro conector macho con diámetro de tubo exterior  $\frac{3}{8}$ " y rosca NPT  $\frac{3}{8}$ " para enlazar tubería de diámetro exterior  $\frac{3}{8}$ " y largo 45 mm y unir a unión tee por la izquierda con diámetro de tubo exterior  $\frac{3}{8}$ ".



*Figura 4.31: Sistema de tuberías. Fuente: Elaboración propia.*

2. Para la línea de nitrógeno, apretar tuerca de ajuste del manómetro a la salida de flujo del estanque de gas el cual previamente se ajustó a los barrotes de protección de las instalaciones del LER, posteriormente unir tubería de diámetro exterior  $\frac{3}{8}$ " y largo de 150 mm al conjunto del flujómetro, luego en la salida del conjunto conectar tubería de diámetro exterior  $\frac{3}{8}$ ", largo 400 mm y 2 curvas de cambio de dirección de 100 mm de radio interior, donde finalmente la línea termina con miniválvula de bola conexión NPT  $\frac{3}{8}$ " con conector macho de  $\frac{3}{8}$ " en ambos lados y conexión de tubería de diámetro exterior  $\frac{3}{8}$ " de largo 45 mm unida a la unión tee mencionada en el punto anterior por la derecha.
3. A fin de dirigir ambos gases al reactor, en la salida de la unión tee (hacia abajo), conectar tubería de diámetro exterior  $\frac{3}{8}$ " de largo 580 mm (curva de radio interior de 100 mm), luego unir la tubería a otra unión tee con diámetro de tubo exterior  $\frac{3}{8}$ " con el fin de acumular el condensado de vapor (hacia abajo) y continuación del flujo (hacia arriba).
4. Para el condensado de vapor inferior, conectar a la unión tee una tubería de diámetro exterior de tubo de  $\frac{3}{8}$ " y largo 45 mm la que se unirá a una válvula

- de bola de acero inoxidable conexión NPT 3/8" mediante un conector macho con diámetro de tubo exterior 3/8" y rosca NPT 3/8".
5. Para la continuación de flujo de gases, conectar a la unión tee la manguera de vapor ropa mediante el siguiente conjunto: tubería de diámetro exterior de tubo de 3/8" y largo 45 mm para unir un conector hembra con diámetro de tubo exterior 3/8" y conexión NPT 3/8", unión macho conexión NPT 3/8", bushing conexión NPT 1/2 X 3/8 y conector hembra giratoria BSP 90° con diámetro interior de manguera 1/2", donde la manguera se introduce al conector y se realiza un sello para evitar fugas mediante abrazadera de acero inoxidable 1/2". En la otra punta de la manguera unir conector hembra giratoria con diámetro interior de manguera 1/2" donde también se ajusta mediante abrazadera.
  6. Unir al conector hembra de la manguera una unión tee hembra de 1/2" mediante una unión macho conexión NPT 1/2".
  7. Para el condensado de vapor superior, se enlazó a la tee superior una llave de bola de latón.
  8. A fin de dirigir los gases a la entrada del reactor enlazar por la unión superior de la conexión cruz tuerca de 3/8" para enlazar tubería de esta misma medida, luego unir tubería mediante un conector macho de 3/8", posteriormente unir mediante un bushing de 3/8" a 1/2" el adaptador hembra de manguera de 1/2", después enlazar manguera de vapor roja al adaptador (esta se debe prensar previamente para posicionar las abrazaderas) y colocar abrazadera en uno de los extremos de la manguera, posicionar adaptador hembra de 90° en el otro extremo de la manguera con apriete mediante abrazadera, el adaptador se une a una unión macho de 1/2" para la que va enlazada a un conector hembra de 1/2" a 3/8" de tubería, este último se une a tubería de 3/8" para finalizar con un conector hembra 3/8" unido a un " que a su vez se une a un niple de 1/4" a la entrada del reactor.
  9. Para la salida de los gases conectar un bushing de 1/2" a 3/8" para enlazar un conector hembra de 3/8" con tubería de 3/8" posteriormente enlazar tubería a manguera de cristal transparente mediante abrazadera a la tubería de 3/8" luego unir la manguera al tubo de vidrio acoplado al burbujeador, conectar otra sección de manguera de cristal transparente a trampa de agua y en la

salida de la trampa insertar una última sección de manguera hacia el analizador de gases.

#### **d) Preparación variac pre-montaje**

Previo a realizar el paso a paso de *Preparación variac pre-montaje*, revisar que todas las herramientas y materiales se encuentren disponibles, para ello revisar Anexo N°4.

1. Revisar que variac esté desconectado.
2. Revisar que automático de variac esté abajo.
3. Trasladar variac a lugar de trabajo.
4. Revisar que automático de galpón esté arriba.
5. Revisar que variac esté con manilla en 0.
6. Conectar terminales de resistencia en variac (variar bobina cada 1 hora).
7. Conectar tester junto a resistencia.
8. Colocar amperímetro en cable de resistencia.
9. Variac listo para conectar a la red.

#### **e) Puesta en marcha / Purga inicial**

Previo a realizar el paso a paso de *Puesta en marcha / Purga inicial*, revisar que todas las herramientas y materiales se encuentren disponibles, para ello revisar Anexo N°5.

1. Designar un encargado para: caldera, variac, ajuste solar, piping (4 personas mínimo para operar)
2. Cada encargado debe estar en conocimiento de sus tareas además debe procurar que su entorno (delimitar de manera explícita) se encuentre libre de posibles fuentes de peligro tanto para él como para el sistema que esté operando.
3. Previo a puesta en marcha, revisar y realizar *Montaje y Uso concentrador solar*.
4. Conectar compresor energizado a línea de entrada de piping, e iniciar flujo de aire para purga de sistema a 1 bar. Mantener flujo de aire.

5. Iniciar mediciones con termocuplas y energizar variac (50V). Para puesta en marcha de variac: conectar variac a alargador trifásico, aumentar levemente voltaje, subir automático de variac, controlar voltaje y corriente constantemente.
6. Aumentar paulatinamente voltaje de variac (50V, 100V, 150V, 160V, 170 V máximo), controlando que no se excedan los 12 A (13 A valor crítico).
7. En todo momento, cuidar que temperatura de resistencia y manto no superen los 1175 K.
8. Al alcanzar los 750 K dentro del reactor, mantener temperatura por 40 minutos.
9. Controlar gases de salida. Se espera que no haya reacción alguna por lo que en la salida se debería tener sólo aire.
10. Disminuya aporte de variac en 50V paulatinamente. Una vez que llegue a 0V, bajar automático de variac y desconectar de red. Desconectar resistencia eléctrica de variac.
11. Continuar con flujo de aire por 10 minutos.
12. Pasado los 10 minutos, si no existe alteraciones en los gases de salida, desconectar analizador de gases de piping, al igual que compresor. En caso de que existan alteraciones, continuar con flujo hasta que estas no existan, y desconectar analizador de gases de piping junto al compresor.
13. Guardar variac, compresor y analizador de gases en nave.
14. Una vez que temperatura de reactor llegue a 420 K, terminar mediciones de termocuplas, guardar datos y desconectar termocuplas de datalogger.

## **f) Ensayos experimentales**

Previo a realizar el paso a paso de *Ensayos experimentales*, revisar que todas las herramientas y materiales se encuentren disponibles, para ello revisar Anexo N°5.

1. Designar un encargado para: caldera, variac, ajuste solar, piping (4 personas mínimo para operar)
2. Cada encargado debe estar en conocimiento de sus tareas además debe procurar que su entorno (delimitar de manera explícita) se encuentre libre de

posibles fuentes de peligro tanto para él como para el sistema que esté operando.

3. Previo a puesta en marcha, revisar y realizar *Montaje y Uso concentrador solar*.
4. Dar paso al flujo de  $N_2$  para purga de sistema por 5 minutos con un flujo de 19.5 g/min.
5. Iniciar mediciones con termocuplas y energizar variac (50V). Para puesta en marcha de variac: conectar variac a alargador trifásico, aumentar levemente voltaje, subir automático de variac, controlar voltaje y corriente constantemente.
6. Esperar que temperatura llegue a 100 °C para destapar el espejo.
7. Revisar altitud y azimut del concentrador solar y ajustar de ser necesario. Realizar ajuste cada cierto periodo de tiempo (5 minutos) cuidando que cables y piping no sufran daños.
8. Ajustar el foco del concentrador en el reactor.
9. Aumentar paulatinamente voltaje de variac (50 [V], 100 [V], 150 [V], 190 [V]), controlando que no se excedan los 12 [A] (13 [A] valor crítico).
10. En todo momento, cuidar que temperatura de resistencia y manto no superen los 1173 K.
11. Al alcanzar los 770 K dentro del reactor, dar paso al flujo de  $N_2$ , 8 g/min.
12. Controlar oxígeno en gases de salida utilizando analizador de gases. Desde que comienza a existir oxígeno (sobre 21% del aire), reportar inicio de etapa de reducción (anotar hora). Realizar al menos 40 min. de etapa de reducción. En caso de que a los 40 min aún exista oxígeno a la salida del sistema, continuar con etapa de reducción.
13. Una vez que no exista oxígeno a la salida del sistema, disminuir temperatura del reactor a 850 K (en caso de que se hubiera alcanzado una mayor temperatura) disminuyendo aporte de variac.
14. Continuar con flujo de  $N_2$  por 5 minutos para purgar sistema
15. Realizar pre-calentamiento en manguera, dar paso de vapor hasta que exista vapor en la llave de purga.
16. Iniciar flujo de vapor de agua a reactor (valor a parametrizar, mínimo 10 g/min).
17. Disminuir paulatinamente temperatura hasta 670 K.

18. Controlar hidrógeno en gases de salida utilizando analizador de gases. Desde que comienza a salir hidrógeno, reportar inicio de etapa de oxidación (anotar hora). Realizar al menos 40 minutos de etapa de oxidación. En caso de que a los 40 minutos aún exista hidrógeno a la salida del sistema, continuar con ingreso de vapor de agua.
19. Una vez que no exista hidrógeno a la salida del sistema, disminuir temperatura del reactor a 500 K, quitando aporte solar y potencia del variac. Además, cambiar flujo de vapor de agua por N<sub>2</sub> para purga de sistema.
20. En caso de que recurso solar lo permita, realizar nueva medición.
21. Si no se realizan mediciones, llevar a 0 el voltaje del variac, bajar automático de variac y desconectarlo de alargador trifásico. Además, ubicar concentrador solar mirando hacia el sur (para que no le llegue sol directo).
22. Delimitar concentrador solar: medio metro donde nadie puede ingresar.
23. Desconectar resistencia eléctrica de variac.
24. Desconectar analizador de gases de piping.
25. Desacoplar tanque de N<sub>2</sub> y caldera de piping.
26. Guardar variac, tanque de N<sub>2</sub>, caldera y analizador de gases en nave.
27. Una vez que temperatura de reactor llegue a 420 K, terminar mediciones de termocuplas, guardar datos y desconectar termocuplas de datalogger.

### g) Responsabilidades

Previo a realizar cualquier paso a paso, revisar que se cuentan con todos los EPP mínimos, para ello revisar Anexo.

1. **Caldera:** La caldera de agua tiene un sistema de almacenamiento de agua, y su nivel debe ser controlado constantemente para evitar problemas en el equipo. Además, se debe de controlar el flujo de vapor de agua con el que se trabajará.
2. **Variac:** Resistencia opera a un máximo de 3kW, por lo que el voltaje máximo de operación es de 190 [V] a una corriente de 11-12 [A] app. Se debe de controlar que no se superen tales valores para no producir una falla de la resistencia. Además, cada una hora debe realizar cambio de bobina a la cual se encuentra conectada la resistencia, esto para no desgastar una única bobina del variac. Es indispensable leer *Preparación variac pre-montaje*.

3. **Ajuste solar:** Se debe encargarse de mantener el reactor en el foco del concentrador solar, ajustando la altura y acimut del espejo de manera manual. El ajuste debe realizarse cada 5 minutos mínimo.
4. **Piping:** El sistema piping consiste desde el ingreso de los gases de arrastre hasta el analizador de gases. Se debe realizar el ajuste del flujo de  $N_2$  cuando aplique, y monitorear los gases resultantes, observando que no existan problemas de alguna naturaleza a lo largo del sistema de piping.

## **h) Pendientes**

Para cuando se trabaje con óxidos, y con el reactor sellado, se deben de agregar pasos, tanto para la manipulación de estos componentes como para la manipulación e instalación de los gases y la salida de estos. Además, se debe de considerar el cambio a realizar según las etapas (reducción y oxidación).

En caso de trabajar con bomba de vacío, se debe de incorporar su procedimiento a los pasos anteriores y especificar en qué momentos se acciona y en cuales se desactiva.

Cuando se tenga seguimiento solar, se deben especificar los pasos a seguir para su implementación.

Agregar procedimiento de medición/análisis de gases.

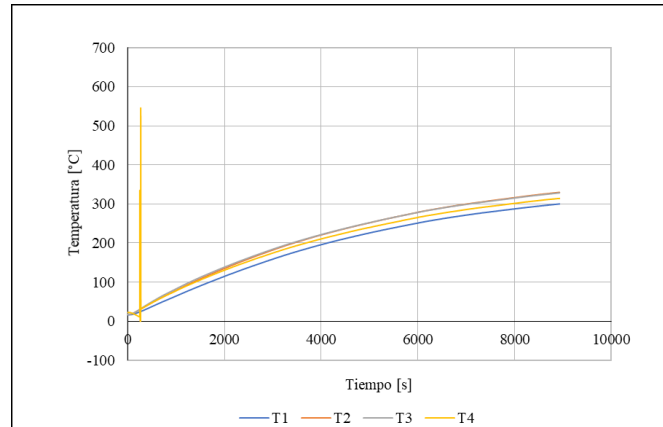
Para cuando se genere hidrógeno, ver la posibilidad de dejar equipo montado en el exterior para evitar manipulación excesiva del equipo, y disminuir los tiempos de montaje y puesta en marcha.

### 4.8.2 Pruebas previas a puesta en marcha

Para realizar las pruebas de puesta en marcha se realizaron ensayos previos para determinar el calor necesario, pruebas al sistema de tuberías, pruebas de estanqueidad o purga inicial. Estos ensayos aportaron para validar cada sistema y determinar los parámetros de operación.

#### 4.8.1.1 Resistencia eléctrica 60 [ $\Omega$ ]

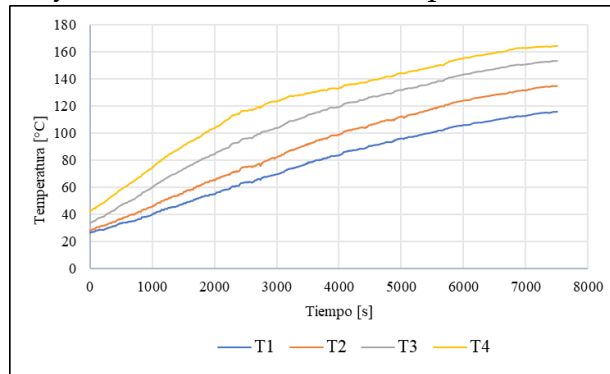
El primer ensayo se realizó el 5 de octubre del 2022 a las 13:51, en las dependencias del Laboratorio de Energías Renovables. Consistió en verificar el estado de la resistencia de Nicrom (80 [%] Níquel, 20 [%] Cromo) utilizada por parte de Sebastián García [36] donde se alcanzó una temperatura máxima de 330 [ $^{\circ}\text{C}$ ], además se puede observar una falla en la termocupla 4 en la figura 4.32.



**Figura 4.32: Perfil de temperatura usando resistencia eléctrica de Nicrom para verificar la viabilidad preliminar. Fuente: Elaboración propia.**

#### 4.8.1.2 Concentrador solar

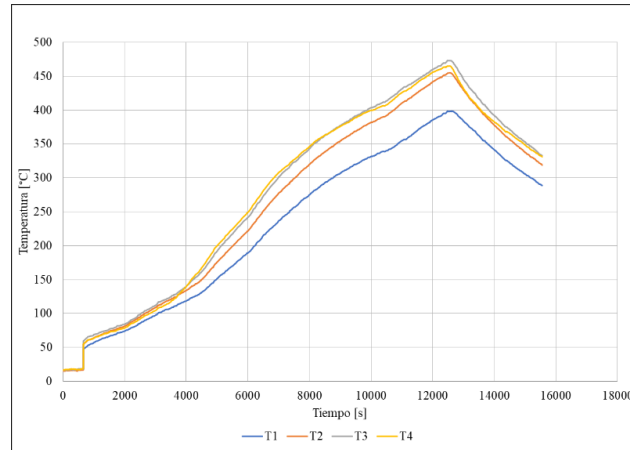
Se realizó un ensayo utilizando el concentrador solar y el nuevo sistema de soporte del reactor el día 6 de octubre del 2022 a las 15:07, donde se midió la radiación mediante piranómetro y se obtuvo una radiación promedio de 400 [ $\text{W}/\text{m}^2$ ].



**Figura 4.33: Perfil de temperatura mediante empleo de Concentrador Solar para verificar la viabilidad preliminar. Fuente: Elaboración propia.**

#### 4.8.1.3 Resistencia eléctrica 60 [Ω] y Concentrador Solar

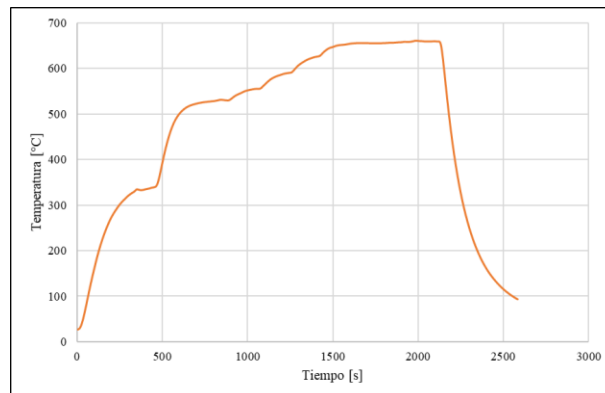
Para realizar una evaluación preliminar de viabilidad el día 7 de octubre del 2022 a las 11:28 hrs., utilizando el conjunto de aporte de calor mediante energía solar con el concentrador y apoyo de resistencia eléctrica de Nicrom 60 [Ω] se obtuvo el perfil de temperatura observado en la figura 4.34, registrando una temperatura máxima de 470 [°C]. En ese momento se decidió buscar una nueva forma de aplicación de calor al reactor.



**Figura 4.34: Perfil de temperatura mediante empleo de Concentrador Solar y resistencia eléctrica 60 [Ω] para verificar la viabilidad preliminar. Fuente: Elaboración propia.**

#### 4.8.1.4 Resistencia aislada de 16 [Ω]

El 12 de enero al utilizar una nueva resistencia de Kanthal tipo A-1, se realizaron pruebas con esta nueva resistencia donde la temperatura máxima superó los 650 [°C].



**Figura 4.35:** Perfil de temperatura mediante empleo de Concentrador Solar y resistencia eléctrica 16 [ $\Omega$ ] para verificar la viabilidad preliminar. Fuente: Elaboración propia.

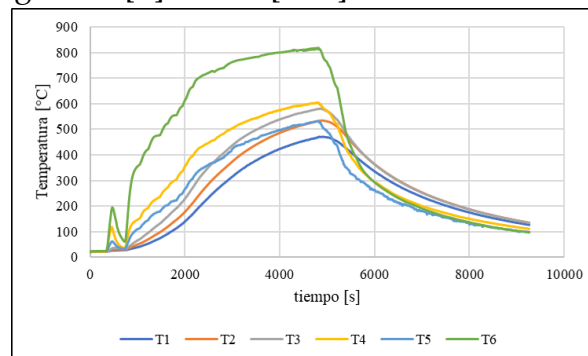


**Figura 4.36:** Prueba de resistencia eléctrica aislada. Fuente: Elaboración propia.

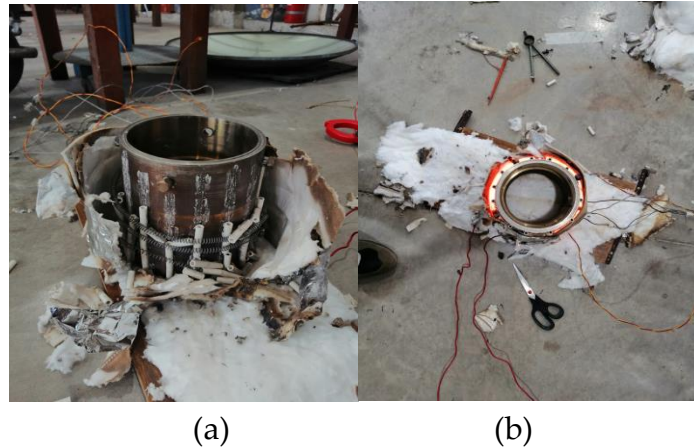
#### 4.8.1.5 Resistencia 16 [ $\Omega$ ] con tubos de alúmina en el reactor

Luego de realizar el ensayo con la resistencia eléctrica aislada, el 27 de enero se decidió realizar una prueba con una nueva forma de transferencia de calor en el sistema mediante tubos de alúmina adheridos mediante pegamento de alta temperatura paralelos al eje del reactor y material cerámico aislando el sistema completo como se puede apreciar en la figura 3.38.

En este ensayo se alcanzaron temperaturas sobre los 800 [ $^{\circ}\text{C}$ ], las termocuplas se colocaron en 4 puntos diferentes del reactor de las pared interna (T1, T2, T3, T4), en la resistencia misma mediante tubo de material cerámico (T6) y en el exterior del material aislante (T5). Donde las temperaturas en la pared interior superaron los 500 [ $^{\circ}\text{C}$ ], en el exterior del material aislante los 400 [ $^{\circ}\text{C}$ ] y en contacto con la resistencia sobre los 800 [ $^{\circ}\text{C}$ ] luego de 1 [h] con 30 [min] de realizar el ensayo.



**Figura 4.37: Ensayo con tubos de material cerámico. Fuente: Elaboración propia.**



**Figura 4.38: (a) Estado del reactor luego de realizar prueba con tubos de material cerámico. (b) Ensayo. Fuente: Elaboración propia.**

#### 4.8.1.6 Prueba de hermeticidad

Para verificar el estado de las juntas y sellos mecánicos del reactor en operación, se realizó un ensayo inyectando aire comprimido al sistema y aplicando jabón se observaron las fugas en los lugares que aparecieran burbujas, se percibieron filtraciones en las uniones del reactor.



**Figura 4.39: Prueba de hermeticidad. Fuente: Elaboración propia.**

#### 4.8.1.7 Prueba de concepto de la caldera

Para determinar los parámetros ideales para el buen funcionamiento de del sistema de la línea de la caldera, se fue variando los parámetros de caudal, presión y temperatura.



*Figura 4.40: Prueba con caldera. Fuente: Elaboración propia.*

Hora	Caudal [gr/min]	Temperatura [°C]	Presión [bar]	Observación
15:55	5	150	1	Condensación
16:09	6	150	1	Condensación
16:10	7	150	1	Condensación
16:12	8	150	1	Condensación
16:14	9	150	1	Condensación
16:17	10	150	1	Condensación
16:19	11	150	1	Vapor

*Tabla N°5: Ensayo de prefactibilidad de la caldera en la línea de vapor, determinación de parámetros de temperatura, caudal y presión al condensar.*

#### 4.8.1.8 Prueba de purga inicial

El 6 de febrero se realizó una prueba de purga inicial del sistema en el interior de la “nave” del laboratorio de energías renovables, la cual consistió en ingreso de aire mediante un compresor durante una hora.



*Figura 4.41: Prueba de purga inicial. Fuente: Elaboración propia.*

# CAPÍTULO 5

## 5. Desarrollo Experimental

Los ensayos definitivos del proceso completo fueron 3, los primeros 2 realizados con óxido de hierro y el tercero con óxido de cerio, los cuales se detallan a continuación.

### 5.1 Ensayos con óxido de hierro

Los ensayos realizados con este óxido se llevaron a cabo en el interior de la “nave” del laboratorio de energías renovables de la universidad, los días 7 y 8 de febrero del 2023.

#### 5.1.1 Primer ensayo con óxido de hierro

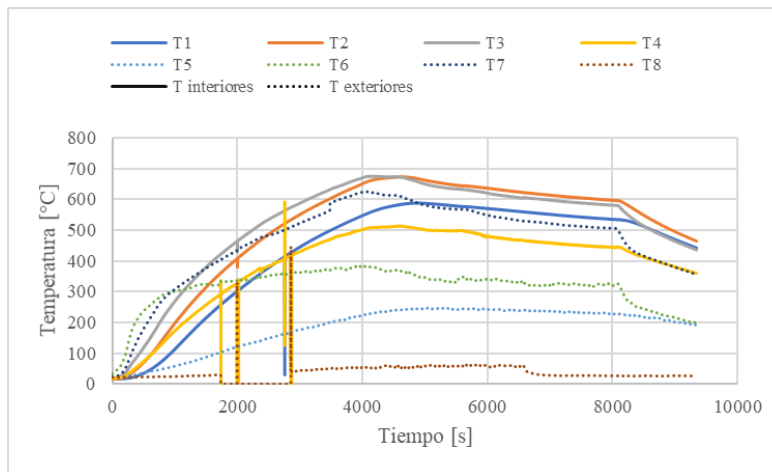
El primer ensayo con este óxido se realizó dentro de la nave del Laboratorio de energías renovables de la universidad, no se utilizó el concentrador solar sólo aporte de calor mediante la resistencia eléctrica, se tuvo problema de estanqueidad considerable y no se logró detectar hidrógeno por lo que no se lograron llevar a cabo de buena manera las etapas.

El procedimiento comienza con la realización de una purga utilizando nitrógeno para eliminar posibles trazas de elementos presentes en la línea de flujo del reactor o en su interior. Posteriormente, se incrementa gradualmente el voltaje hasta alcanzar su valor máximo, lo que resulta en un aumento de la temperatura dentro del reactor. Una vez que la temperatura alcanza los 400 [°C], se introduce nitrógeno al reactor, dando inicio a la etapa de reducción, que tiene una duración de 40 [min]. Después de esta fase, se reduce el voltaje suministrado para iniciar el enfriamiento del reactor.

Durante el proceso de enfriamiento, se introduce vapor de agua a través de la manguera antes de ingresar al reactor. Durante este periodo, se cierra el paso al reactor para realizar una purga de condensado. Cuando solo queda vapor en la línea, se permite su ingreso al reactor, marcando el comienzo de la etapa de

oxidación, también con una duración de 40 [min]. Al finalizar este tiempo, se desconecta la fuente de voltaje variable y se inicia el enfriamiento del reactor. Se continúa la medición de las temperaturas mediante termocuplas para monitorear la temperatura del equipo.

Los datos registrados por el datalogger conectado a las termocuplas se representan gráficamente en la figura 5.1. A partir de los perfiles de temperatura obtenidos durante el ensayo, se observa que se logra alcanzar una temperatura máxima de 700 [°C] aproximadamente. En relación con las temperaturas exteriores, se nota que fuera de la aislación (T6) la temperatura es considerablemente menor en comparación con la temperatura cercana a la resistencia eléctrica (T7), mientras que en las caras del reactor la temperatura aumenta ligeramente.



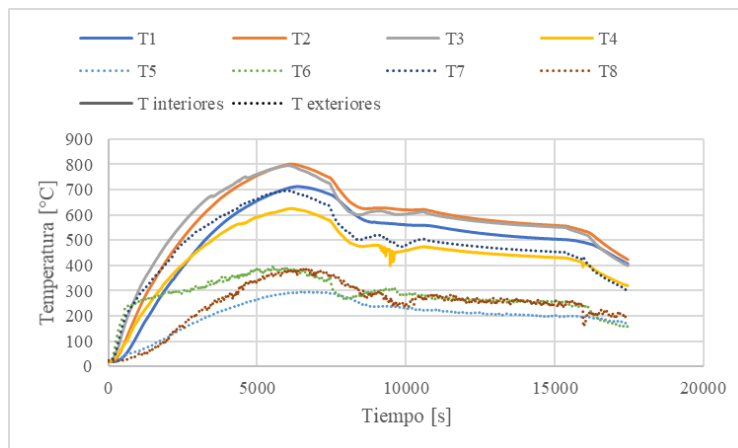
**Figura 5.1: Perfil de temperatura primer ensayo con óxido de hierro. Fuente: Elaboración propia.**

### 5.1.2 Segundo ensayo con óxido de hierro

La segunda prueba experimental, llevada a cabo en la Nave del LER, empleó óxido de hierro y se basó únicamente en la aportación térmica de la resistencia eléctrica. Se instaló un tapón de varillas de cerámica en la mirilla para evitar pérdidas de flujo de gases, ya que no se utilizaría la concentración solar. En el anexo se detalla la bitácora de esta experiencia, que proporciona datos similares a la prueba anterior. El procedimiento fue idéntico al presentado previamente, con la única diferencia de que, después de una hora de operación del variac, este se apagó y se realizó un cambio de bobina para prevenir problemas o fallas en el variac.

Los perfiles de temperatura registrados se presentan en la figura 3.43. En este ensayo, se registró una temperatura máxima de aproximadamente 800 [°C] dentro de la cámara de reacción (T2 y T3), es decir, se trabajó a la temperatura establecida como límite, donde se espera que ocurra la reacción de reducción sin que se presenten fallas o problemas en los diferentes sistemas involucrados. Sin embargo, se observa que la duración de esta temperatura es breve debido al aumento sostenido de la temperatura, siendo más factible reducir el suministro de voltaje que mantener un perfil estacionario de temperatura. En cuanto a las temperaturas exteriores, se nota que la diferencia entre la temperatura cerca de la resistencia (T7) y la temperatura fuera de la aislación y en las caras del reactor es mayor.

Se detectó hidrógeno con lecturas entre 1000 [ppm] a 30000 [ppm] como se aprecia en la figura 5.2. Para esta prueba no se consideró un analizador de gases sólo detector de hidrógeno. Sin embargo, los resultados obtenidos permiten validar el sistema.



**Figura 5.2: Perfil de temperatura segundo ensayo con óxido de hierro. Fuente: Elaboración propia.**



*Figura 5.3: Medición con detector de hidrógeno. Fuente: Elaboración propia.*

## 5.2 Ensayo con óxido de cerio

La tercera y última prueba se llevó a cabo utilizando óxido de cerio con aporte térmico de resistencia eléctrica y concentración solar, ajustada manualmente cada 5 [min]. La prueba se realizó en las instalaciones del LER el 10 de febrero de 2023. El anexo presenta la bitácora de trabajo con información análoga a las pruebas anteriores.

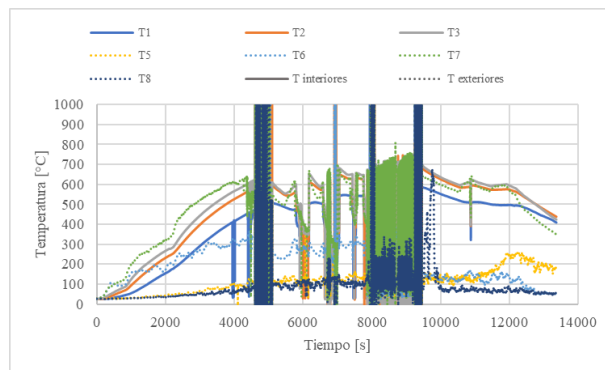
En esta prueba, se experimentaron problemas entre el variac, el datalogger y las termocuplas, lo que generó mayores errores en comparación con las pruebas anteriores. Según la observación de las temperaturas registradas, es posible que la resistencia eléctrica haya generado un campo electromagnético, causando interferencia en la lectura de las temperaturas. A pesar de estos problemas, se decidió continuar con las pruebas realizando una estimación de las temperaturas a las que se estaba trabajando.

El registro de temperaturas realizado por el datalogger y las curvas de tendencia generadas a partir de los datos se presentan en la figura 3.45. De los perfiles de temperaturas obtenidos, se observa que el problema generado por el campo electromagnético mencionado ocurrió aproximadamente entre los 5000 [s] y los 9000 [s]. Antes y después de este intervalo, la temperatura estaba aproximadamente en 620 [°C], con una pendiente positiva en el lado izquierdo de la gráfica y decreciente en el lado derecho. Esto sugiere que el valor máximo de temperatura podría haber sido superior a los 720 [°C], alcanzando condiciones adecuadas para que ocurran las reacciones de reducción y oxidación.

Respecto al aumento de temperatura, al comparar este perfil con el de las pruebas anteriores, se aprecia que es más lento, posiblemente debido a un aumento de las

pérdidas de calor. Esto se asocia al hecho de que el reactor estaba expuesto al viento, provocando convección forzada entre el reactor y el medio ambiente. También se sugiere que la potencia entregada por el concentrador solar no logra compensar este aumento de pérdidas de calor, lo que destaca la importancia de aumentar la potencia nominal del concentrador solar para realizar pruebas duales de concentración solar y resistencia eléctrica.

Como solución potencial a la interferencia de información, se propone modificar la disposición de la resistencia eléctrica instalada, con el objetivo de evitar trabajar con un embobinado que genere un campo electromagnético.



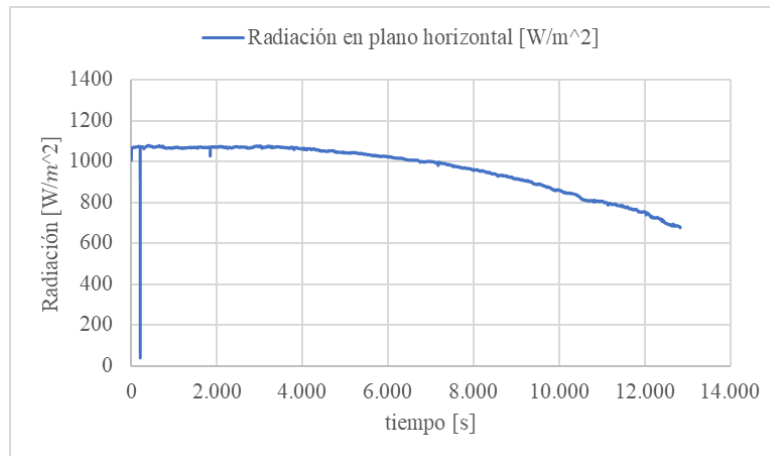
**Figura 5.4:** Perfil de temperatura ensayo con óxido de cerio. Fuente: Elaboración propia.



**Figura 5.5:** Montaje completo en el exterior. Fuente: Elaboración propia.

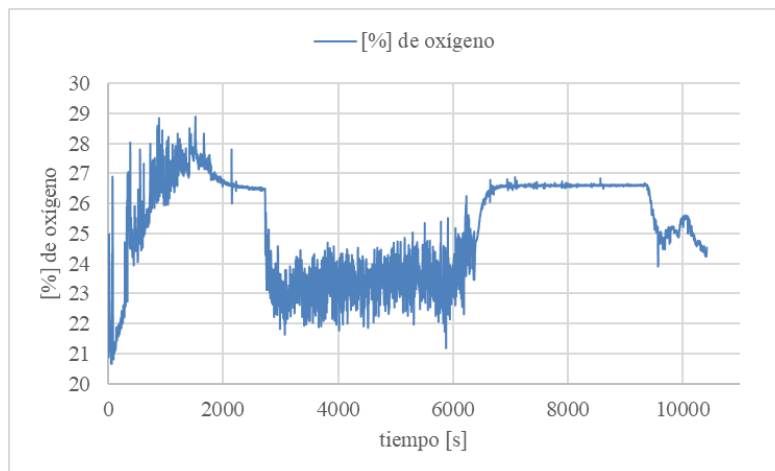
A lo largo de la prueba experimental con aporte de concentración solar, se llevaron a cabo mediciones del recurso solar disponible utilizando un piranómetro. Los datos registrados se visualizan en la figura 5.6.

Basándonos en las mediciones anteriores, se concluye que la radiación solar durante el día de las pruebas con óxido de cerio fue óptima, mostrando una variación leve a lo largo del tiempo de trabajo.



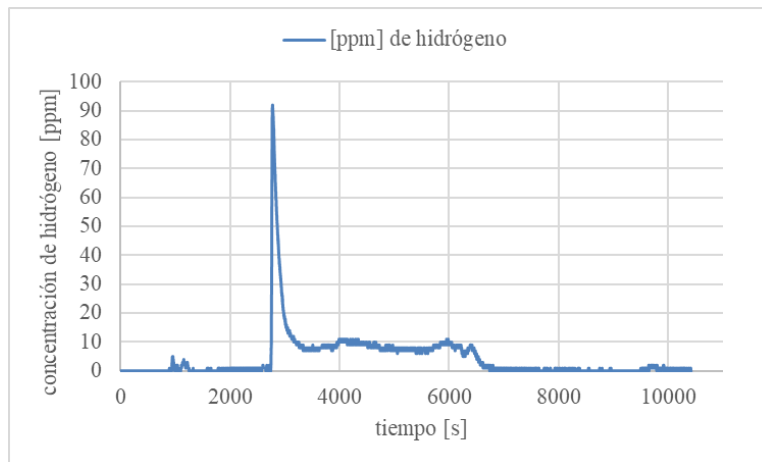
**Figura 5.6: Radiación en plano horizontal medida por el piranómetro. Fuente: Elaboración propia.**

Para el caso de la cantidad de oxígeno presente en el flujo de gases de salida, teniendo presente que el valor de referencia es de 21 [%] alcanzado un máximo de 29 [%], es decir aumento de 8 [%] durante los primeros 2000 [s] como se aprecia en la figura 5.7.



**Figura 5.7: [%] de oxígeno durante la medición con analizador de gases. Fuente: Elaboración propia.**

La figura presenta las ppm de hidrógeno medidas por el analizador de gases en la salida de flujo del reactor. Con esto se determina que la etapa de oxidación se realizó de manera exitosa., se destaca un valor máximo de 100 [ppm] donde se puede observar que la etapa de oxidación se llevó a cabo entre los 2900 y 7500 [s] aproximadamente, además se observa generación de hidrógeno en la etapa de reducción, estos se deben a posibles vestigios de vapor de agua durante los experimentos anteriores.



**Figura 5.8: Cantidad de hidrógeno producido durante la medición con analizador de gases. Fuente: Elaboración propia.**

### 5.3 Eficiencia del proceso termoquímico

Para determinar la eficiencia del proceso termoquímico se consideró la energía utilizada por parte de la resistencia eléctrica, el generador de vapor y la energía solar suministrada por el concentrador solar, el detalle a cada una de estas fuentes energéticas se puede observar en las tablas 8, 9 y 10.

Se utilizó la siguiente relación:

$$\eta_{\text{energética}} = \frac{\text{Energía H}_2}{\text{Energía consumida}} \quad (4.1)$$

Resistencia eléctrica			
V [V]	I [A]	tiempo [s]	Energía [J]
50	3,2	120	19200
100	6,5	660	429000
150	9,5	1500	2137500
190	12	2640	6019200

190	12	840	1915200
190	12	1200	2736000
160	10,4	2280	3793920
100	6,5	2820	1833000
TOTAL			18883020

**Tabla N°6:** Energía eléctrica utilizada por la resistencia eléctrica. Fuente: Elaboración propia.

Generador de vapor	
Potencia [W]	1500
tiempo [s]	1819
Energía [J]	2728500

**Tabla N°7:** Energía eléctrica utilizada por el generador de vapor. Fuente: Elaboración propia.

Cabe destacar que para determinar la energía con aporte solar se consideró un índice de reflectividad de 0,9 [-] obteniendo 6230000 [J] aproximadamente como energía solar consumida. Representando un 33,3 [%] de la energía consumida por parte de la resistencia eléctrica.

Concentrador solar	
Diámetro concentrador [m]	0,9
Área concentrador [m <sup>2</sup> ]	0,64
Área sombreada [m <sup>2</sup> ]	0,08
Área total [m <sup>2</sup> ]	0,55
Irradiación promedio [W/m <sup>2</sup> ]	965
Reflectividad [-]	0,9
Potencia reflejada [W]	483
tiempo [s]	12900
Energía solar [J]	6231162

**Tabla N°8:** Energía suministrada por el concentrador solar. Fuente: Elaboración propia.

La energía almacenada por parte del hidrógeno es de 2964 [J] durante toda la medición, mientras que la energía consumida total fue de 27842692 [J], reemplazando en la relación 4.1 se obtuvo una eficiencia energética de 0,011[%].

## CAPÍTULO 6

# 6. Conclusiones y recomendaciones

### 6.1 Conclusiones

- Se llevó a cabo una investigación exhaustiva sobre la producción de hidrógeno verde, explorando el estado del arte de diversos métodos estudiados y las tecnologías potenciales. Esto proporcionó una comprensión de los reactores construidos hasta la fecha, sus temperaturas de operación y eficiencias logradas.
- Se rediseñó un reactor de water-splitting utilizando ceria en forma de espuma porosa, específicamente en forma de cilindro hueco, con la consideración de incorporar energía solar como fuente de energía.
- Durante los experimentos realizados, al utilizar el concentrador solar y la resistencia eléctrica como fuentes de calor, se alcanzan temperaturas aproximadas de 1070 [K] en la fase de reducción y en el rango de 860 - 715 [K] en la fase de oxidación. Durante esta última etapa, se registró un máximo de 100 [ppm] de hidrógeno en el flujo de gases emitidos por el sistema.

- Al elevar la temperatura y la velocidad del flujo de entrada de gases (nitrógeno), se amplía la disponibilidad de vacancias y la transferencia de calor en la cámara de reacción. Esto resulta en un aumento de la transferencia de oxígeno desde el óxido, contribuyendo a una mayor producción de hidrógeno en la etapa de oxidación. Asimismo, se observó que prolongar la inyección de nitrógeno o vapor de agua incrementa la producción de hidrógeno al facilitar la transferencia de moléculas entre la ceria y el gas en cada etapa.

## 6.2 Recomendaciones

- Medir experimentalmente los parámetros cinéticos del óxido utilizar.
- Utilizar un concentrador solar de mayor potencia y optimizar su sistema de captación, y mejorar el diseño e instalación de la resistencia eléctrica, para lograr mayores temperaturas operacionales en la etapa de reducción.
- Instalar un sistema de medición de hidrógeno adecuado para el reactor, que permita cuantificar el hidrógeno producido de manera precisa.
- Cambiar los accesorios de latón por acero inoxidable, uno de ellos se encuentra a la salida de los gases (la reducción de latón) como se observa en la imagen.

# 7. Anexos

## A. Operación Generador de vapor

### 3 Operation

In this chapter it is described in detail how to control the unit.

First time of operation:

If it is the first time to operate the unit follow de-airation routine described at 4.3.

Starting the unit:

1. Start the unit with the main switch on the rear panel.
2. Set the temperature and flow of steam, or optional RH, on the setpoints page if the unit is configured for remote humidity sensor.
3. Shift Operation from "Off" to "Standby" on the control page.
4. Wait for the unit to heat up.
5. Shift Operation from standby to "Flow" on the control page.

The unit is fully automatic and safe and the user does not need to follow a specific sequence when starting or stopping the unit.

### 3.1 Display / Controller

The unit is controlled and monitored from the touch display at the front panel. Below is description of the display and its pages.

### 3.2 Main page

<b>Flow</b>	<b>4.99</b>	<b>5.00</b>	<b>g/min</b>
<b>Temperature</b>	<b>149.9</b>	<b>150</b>	<b>°C</b>
<b>Pressure</b>	<b>0,998</b>		<b>bar (abs)</b>
<b>Mode</b>		<b>Flow</b>	
<b>Probe temp</b>	<b>25.6</b>	<b>100</b>	<b>°C</b>
<b>Probe humidity</b>	<b>61.1</b>	<b>60</b>	<b>% RH</b>
<b>+</b>	<b>-</b>	<b>Menu</b>	

Flow: The present flow and the setpoint value are displayed at the first row.

Temperature: The present steam temperature and the setpoint value are displayed.

Pressure: The present pressure of the steam.

Mode:

**Cold:** Unit is not heated.

**Standby:** Unit is heated to operation temperature.

**Flow:** Unit is run to produce the set steamflow.

**Pressure:** Unit will increase/decrease steamflow to reach the set pressure. The temperature will be at the set level.

**Temperature (by temp):** Unit will increase/decrease steam temperature to reach the set probe temperature. The flow will be at the set level.

**Temperature (by flow):** Unit will increase/decrease steamflow to reach the set probe temperature. The temperature of produced steam will be at the set level.

**Humidity:** Unit will increase/decrease steamflow to reach the set probe humidity.

For any mode > Flow, adjust the PID parameters in the PID menu.

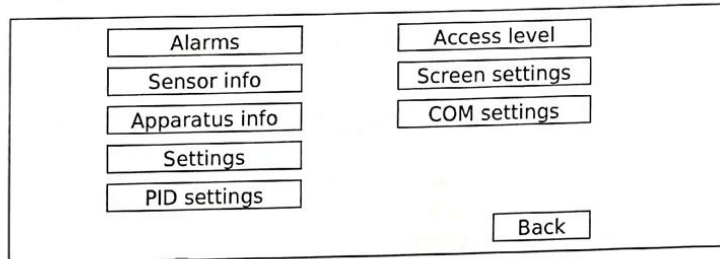
Probe temp: (optional): The present temperature and setpoint for the external sensor is displayed.

Probe humidity: (optional): The present humidity and setpoint for the external sensor is displayed.

“+” and “-” buttons. To increase/decrease the marked parameter.

Menu button: Press the menu button to go to the main menu.

### 3.3 Menu page



Alarms: Push button to see description of alarm if the unit has stopped due to an alarm. See detailed info below at chapter 3.4.

#### Sensor info:

- Boiling point at current pressure
- Temperature of evaporator
- (Opt.) Target temperature of evaporator
- (Opt.) Heated tube temperature
- (Opt.) Probe dewpoint
- Internal temp of electronics

#### Apparatus info:

- Product id number
- Pump power
- Evaporator power
- (Opt.) Steam superheater power
- (Opt.) Supportheater power
- (Opt.) Heated tube power

#### Apparatus info 2:

- Voltage supplied to unit
- Max power available at current voltage
- Max flow available at current voltage

#### Settings:

- (Opt.) Control      Analogue remote control. Normally set to display. Alt: Remote.
- Pump mode      Normally set to auto. Manual value can be set to drain out air at first start or after running dry.
- Max pressure      Unit will stop production if the level is reached.
- (Opt.) Heated tube      Normally set to auto (Setpoint = Steam setpoint.) Alt: Target temperature.
- (Opt.) Evaporator      Normally set to auto. Alt: Target temperature.

#### Settings II (optional):

- Fluid      Water or free defined. If another liquid than water or a mix of water and another fluid is supplied for vapour generation - Set the resulting parameters

below. Make sure the supplied liquid is completely possible to evaporate in the temperature interval of the unit. *Caution: Other species than water can generate vapours that are toxic to inhale and/or flammable. Make sure to make a risk assessment.*

- Entalphy liquid-vapour (J/g) The entalphy for the step liquid to vapour for 1 g of the supplied liquid.
- Cp liquid (J/g,°C) The Cp-value for heating of the supplied liquid.
- Cp vapour (J/g,°C) The Cp-value for heating of the generated vapour.

PID settings: Settings for PID-loop for pressure control. (Opt.) Settings for PID-loops of temperature or humidity sensor.

Access level:

Level	Passcode	Function
View	0	Unit can not be remote controlled. Only viewed from display.
User	1	Normal operation
Engineering	22	Communication settings and further can be changed.

Screen settings:

- Time to screen saver Default 240 min. It is recommended to use the screen saver to maximise the lifetime of the TFT screen.
- Time to Main page Default 30 min. Time before the display goes to main page.
- Backlight 30-100%. Backlighting of the TFT display.

COM settings: Customer specific com settings. Access level "Engineering" is needed to change. Se above.

### 3.4 Alarms

#### Pump running dry

It will be generated and stop the unit if the pump is running dry (no water supply). Check the water supply if the alarm is triggered and then de-air the unit by following routine described in chapter 5.3.

#### Pressure alarm

Alarm will stop the unit if pressure increases to the max set level of unit. Check if the outlet is blocked or if the pressure in the target system is too high. Adjust the max pressure level in the settings menu if desired.

#### Instrument temp

High temp alarm detected by internal sensor. Alarm will be triggered if temp increase to 45 °C. This could be a consequence of malfunction of the cooling fan. Alarm will stop the unit.

#### Internal sensors malfunctioning

Inadequate signals from any of the sensors of the system will trigger an alarm and stop the unit.

### 3.5 Operational messages

The following messages can occur on the screen and are further described below:

#### Evaporator is heating up

The unit is not ready for operation yet.

#### Increase setpoint temperature to get margin to boilpoint

The setpoint temperature of steam is too close to the boiling point and steam will not be produced without risk of water droplets.

Setpoint flow is higher than capacity at supplied voltage. The setpoint is not possible to reach and will be limited to the available max level.

## 4 Advices

### 4.1 Water supply and filter

Always use particle-free and ion-free water (distilled/deionised) with conductivity  $<10 \mu\text{S/cm}$ . Particles in the water supply will clog the inlet 15 micron filter. Using water with solved substances will lead to degraded performance with time and clogging of the system, since all solved substances will accumulate in the humidifier as evaporation occurs. The unit has an integrated small area filter. If the water supply is not perfectly clean it can be necessary to remove the filter and back-flush it or change it. New filter can be ordered from Cellkraft or from the supplier Swagelok. Be careful to orient the filter in the right direction after rinsing or change.

### 4.2 Smooth flow

If there is a requirement for a more smooth flow of steam without any type of pulsations it can be considered to let the steam generator work slightly pressurised. By adding a needle valve on the outlet or some other type of flow restriction the steam generator will work with a small internal buffer of steam that will mean a flow with less pulsations can be produced. This can have a significant effect on the smallest E-series unit, the E-1500. A recommended needle valve that can be used is the Swagelok SS-6L-MM.

### 4.3 Start a dry unit first time

If the internal pump is air-filled it is needed to pump in water and open up to drain to fill the internal line with water. This must be done at first start after delivery and if the unit has pulled in air from an empty supply tank. Follow this procedure:

1. Unscrew the cap at the drain outlet fitting.
2. In the settings menu, set the "Pump" to a manual value instead of "auto".
3. Run until water comes out through the drain outlet.
4. Set "Pump" to "auto".
5. Put the cap back on the drain outlet.
6. The unit is ready to operate.

### 4.4 Before shipping in cold climate

If the unit should be shipped in cold climate it is necessary to drain the unit from water to eliminate the risk of freezing. Follow this procedure:

1. Disconnect the water supply and allow the unit to suck air instead of water. If available connect to pressurised air (1 barg).
2. Run the unit at max setpoint with some air flow at atmospheric pressure (outlet pressure).
3. Open the drain outlet and run at max setpoint for 1 minute.

## 5 Safety

### 5.1 Personal safety

**1. Hazardous voltage inside enclosure. The unit is connected to 230 or 400 VAC supply. Make sure to avoid contact with parts at voltage.**

**2. Hot steam. Be careful not to get in contact with the output steam. Note that hot dry steam is not visible.**

**3. Hot surfaces. Make sure to avoid contact with the output fitting.**

### 5.2 Overheating protection

The E-Series precision evaporator includes heating elements. The E-Series humidifier is designed so that the operator can not create a dangerous situation. Heating elements are controlled and limited within safe intervals by independent software and hardware solutions.

### 5.3 Overpressure protection

The E-Series precision evaporator is a dry system different to ordinary steam generators that most common includes a pressurised vessel with hot water. The E-series holds a few table spoons of water. There is no pressure relief valve. To protect from overpressure in case of blocked output pressure is monitored and the systems will stop if the pressure is higher than specified for the unit.

## B. Especificaciones técnicas controlador de flujo

### 7.1 Flow Calibration

Aalborg® Instruments' Flow Calibration Laboratory offers professional calibration support for Mass Flow Meters and Controllers, using precision calibrators under strictly controlled conditions. NIST traceable calibrations are available. Calibrations can also be performed by customers using available certified standards.

Factory calibrations are performed using state of the art NIST traceable precision volumetric calibrators.

Calibrations are performed using dry nitrogen gas. Calibration can then be corrected to the appropriate gas desired based on relative correction [K] factors shown in the gas factor table - see Appendix 2. A reference gas, other than nitrogen, may be used to approximate the flow characteristics of certain gases closer. This practice is recommended when a reference gas is found with thermodynamic properties similar to the actual gas under consideration. The appropriate relative correction factor should be recalculated - see section (9).

### 9. CALIBRATION CONVERSIONS FROM REFERENCE GASES

The calibration conversion incorporates the K factor. The K factor is derived from gas density and coefficient of specific heat. For diatomic gases:

$$K_{\text{gas}} = \frac{1}{d \times C_p}$$

where d = gas density (gram/liter)  
C<sub>p</sub> = coefficient of specific heat (cal/gram)

Note: in the above relationship that d and C<sub>p</sub> are chosen at the same conditions (temperature, pressure).

If the flow range of a Mass Flow Controller remains unchanged, a relative K factor is used to relate the calibration of the actual gas to the reference gas.

$$K = \frac{Q_a}{Q_r} = \frac{K_a}{K_r}$$

where Q<sub>a</sub> = mass flow rate of an actual gas (sccm)  
Q<sub>r</sub> = mass flow rate of a reference gas (sccm)  
K<sub>a</sub> = K factor of an actual gas  
K<sub>r</sub> = K factor of a reference gas

For example, if we want to know the flow rate of oxygen and wish to calibrate with nitrogen at 1000 SCCM, the flow rate of oxygen is:

$$Q_{O_2} = Q_a = Q_r \times K = 1000 \times 0.9926 = 992.6 \text{ sccm}$$

where K = relative K factor to reference gas (oxygen to nitrogen)

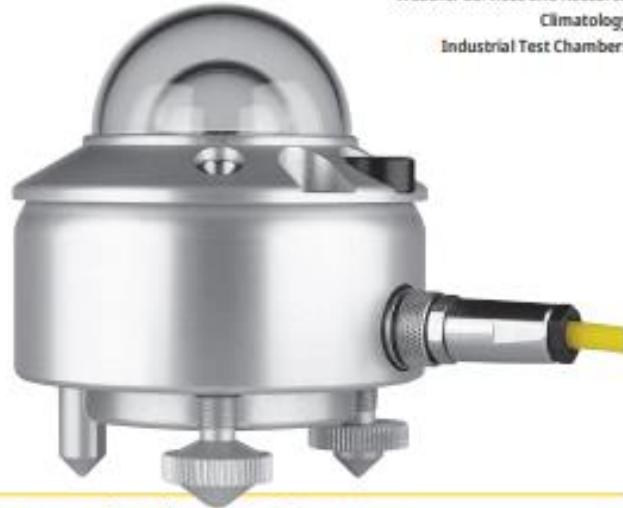
## C. Información técnica del piranómetro



**CMP10 | CMP11 | SMP10 | SMP11**

### Applications

Solar Monitoring for PV  
Weather Services and Research  
Climatology  
Industrial Test Chambers



## Pyranometer

For accurate measurement of solar irradiance

**IEC61724 Class A**

**ISO 9060 Spectrally Flat Class A**

The solar energy industry standard

Accurate and independent data for performance ratio calculations

Analog and digital outputs

5 year warranty

### ISO 9060 & IEC 61724 Class A

Models CMP10, CMP11, SMP10 and SMP11 are the high quality pyranometers that are most commonly used in meteorological networks and solar energy applications around the world and all comply with Class A of ISO 9060 and IEC 61724.

### Analog or digital outputs

CMP10 and CMP11 do not require any power. Incoming solar radiation generates a continuous millivolt output, which is converted in a data logger to irradiance in  $W/m^2$  using the calibrated sensitivity. For easy integration into SCADA systems SMP10 and SMP11 have Modbus<sup>®</sup> RTU RS-485 serial communication, plus an amplified analog output. The sensitivity is stored inside for standardized outputs and they feature improved response time and better temperature compensation.

### With or without drying cartridge

To prevent internal condensation, pyranometers are fitted with a desiccant to keep the internal humidity low and the accuracy high. CMP11 and SMP11 have an external drying cartridge with a desiccant that needs regular inspection and replacement every 3 to 6 months, depending on the local climate conditions. To save maintenance time and cost, CMP10 and SMP10 have internal desiccant that lasts up to 10 years.

### 5 Year Warranty

All pyranometers from Kipp & Zonen come with a 5 year warranty and we have service and calibration centers around the world.

Meteorology Division of

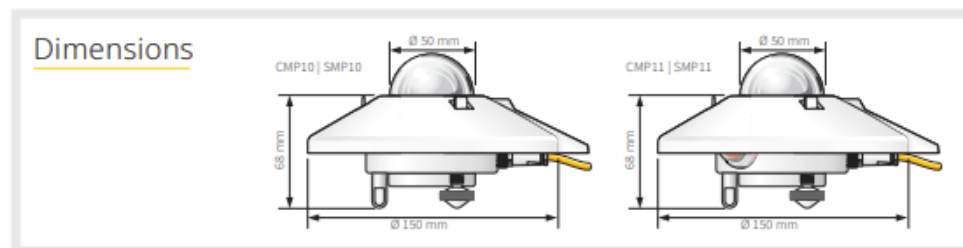


# Technical Specifications

	CMP10   CMP11	SMP10   SMP11
Classification to ISO 9060:2018	Spectrally Flat Class A	Spectrally Flat Class A
Sensitivity	7 to 14 $\mu\text{W/W/m}^2$	-
Impedance	10 to 100 $\Omega$	-
Expected output range (0 to 1500 $\text{W/m}^2$ )	0 to 20 mV	-
Maximum operational irradiance	4000 $\text{W/m}^2$	-
Analog output + V-version	-	0 to 1 V
Analog output range*	-	-200 to 2000 $\text{W/m}^2$
Analog output + A-version	-	4 to 20 mA
Analog output range*	-	0 to 1600 $\text{W/m}^2$
Serial output	-	RS-485 Modbus <sup>®</sup>
Serial output range	-	-400 to 4000 $\text{W/m}^2$
Response time (63 %)	< 1.7 s	< 0.7 s
Response time (95 %)	< 5 s	< 2 s
Spectral range (20 % points)	270 to 3000 nm	270 to 3000 nm
Spectral range (50 % points)	285 to 2800 nm	285 to 2800 nm
Zero offsets (unventilated)		
(a) thermal radiation (at 200 $\text{W/m}^2$ )	< 7 $\text{W/m}^2$	< 7 $\text{W/m}^2$
(b) temperature change (5 K/h)	< 2 $\text{W/m}^2$	< 2 $\text{W/m}^2$
Non-stability (change/year)	< 0.5 %	< 0.5 %
Non-linearity (100 to 1000 $\text{W/m}^2$ )	< 0.2 %	< 0.2 %
Directional response (up to 80 ° with 1000 $\text{W/m}^2$ beam)	< 10 $\text{W/m}^2$	< 10 $\text{W/m}^2$
Spectral selectivity (350 to 1500 nm)	< 3 %	< 3 %
Tilt response (0 ° to 90 ° at 1000 $\text{W/m}^2$ )	< 0.2 %	< 0.2 %
Temperature response	< 1 % (-10 °C to +40 °C)	< 1 % (-20°C to +50 °C) < 2 % (-40 °C to +70 °C)
Field of view	180 °	180 °
Accuracy of bubble level	< 0.1 °	< 0.1 °
Power consumption (at 12 VDC)	-	V-version: 55 mW A-version: 100 mW
Supply voltage	-	5 to 30 VDC
Software, Windows <sup>™</sup>	-	SmartExplorer Software, for configuration, test and data logging
Detector type	Thermopile	Thermopile
Operating and storage temperature range	-40 °C to +80 °C	-40 °C to +80 °C
Humidity range	0 to 100 %	0 to 100 %
MTBF (Mean Time Between Failures)	> 10 years	> 10 years **
Ingress Protection (IP) rating	67	67
Recommended applications	Meteorological networks, PV panel and thermal collector testing, materials testing	High performance for PV panel and thermal collector testing, solar energy research, solar prospecting, materials testing, advanced meteorology and climate networks

Note: The performance specifications quoted are worst-case and/or maximum values.

\* adjustable with SmartExplorer Software | \*\* extrapolated after introduction in January 2012



200-01-ME-RZ-RE-05-CMP10\_CMP11\_SMP10\_SMP11-EN

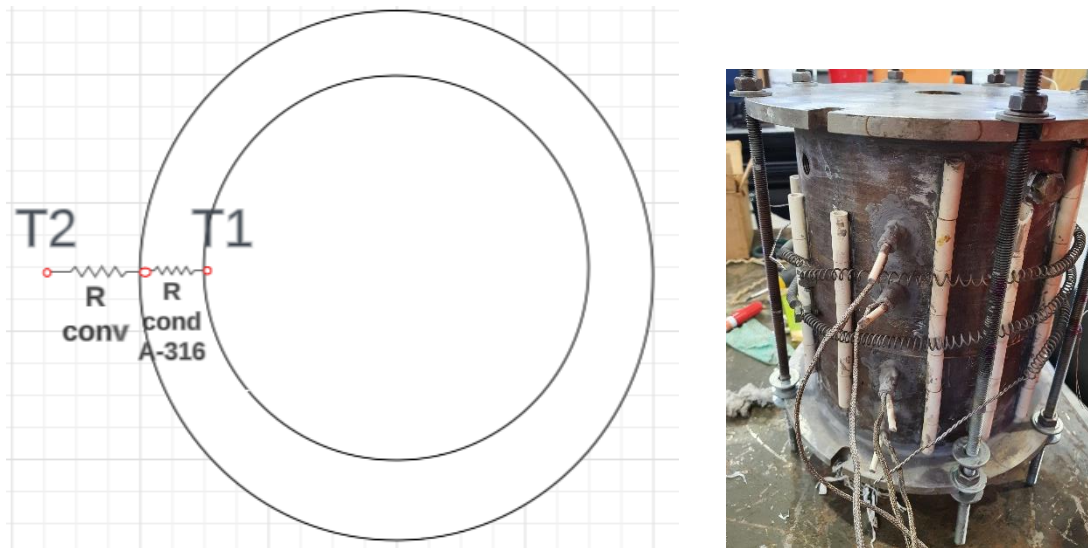
OTT HydroMet | [info@kippzonen.com](mailto:info@kippzonen.com) | [www.kippzonen.com](http://www.kippzonen.com) | [www.otthydromet.com](http://www.otthydromet.com)

**KIPP & ZONEN**

Meteorology Division of **OTT HydroMet**

## D. Cálculo de calor mediante resistencias térmicas

Se realizó un balance de energía luego de realizar pruebas previas a puesta en marcha y definir el uso de un nuevo sistema de aporte de calor al reactor, para ello se determinó mediante resistencias térmicas como se observa en la figura, considerando el reactor como un sistema estacionario y temperaturas de pared uniformes radialmente, obteniendo un calor total de 3000 [W] y así seleccionar una resistencias eléctricas de Kanthal A1 de 1 [mm] de espesor y alambre, esto se definió de acuerdo a las propiedades eléctricas del material.



**Figura 7.1:** La imagen de la izquierda representa el balance de energía mediante resistencias térmicas. La imagen de la derecha es el reactor. Fuente: Elaboración propia.

T2	1300 [°C]
T1	800 [°C]
$\dot{Q}_{\text{Pérdidas}}$	1700 [W]
$\dot{Q}_{\text{entrada}}$	1300 [W]
$\dot{Q}_{\text{total}}$	3000 [W]

**Tabla N°9:** T1 es la temperatura en el interior del reactor y T2 la temperatura alcanzada por la resistencia eléctrica de Kanthal A-1 y resultados. Fuente: Elaboración propia.

Potencia	3000 [W]
Voltaje	220 [V]
Corriente	13,6 [A]
Resistencia	16,1 [Ohm]
Diámetro alambre	1 [mm]

*Tabla N°10: Resultados geométricos de la resistencia eléctrica. Fuente: Elaboración propia.*

### E Bitácoras de ensayos

Hora	Voltaje [V]	Corriente [A]	Flujo N2 [g/min]	Flujo vapor [g/min]	Observación	Flujo reactor
14:25	0	0	19,5	0	Purga inicial	Si
14:30	50	3,3	0	0	-	No
14:41	100	6,6	0	0	-	No
14:42	150	9,7	0	0	-	No
14:45	160	10,4	0	0	-	No
14:47	170	11	0	0	-	No
14:49	180	11,7	0	0	-	No
14:50	190	12,3	0	0	-	No
15:05	190	12,3	0	10	Pre-calentado manguera	No
15:20	190	12,3	11	0	Reducción	Si
15:47	180	11,6	11	0	Reducción	Si
15:50	170	11	11	0	Reducción	Si
15:55	160	10,3	11	0	Reducción	Si
15:57	150	9,6	11	0	Reducción	Si
16:00	140	9,1	11	0	Reducción	Si
16:03	140	9,1	7,9	0	Reducción	Si
16:05	140	9,1	0	0	Purga manguera	No
16:14	140	9,1	0	0	Oxidación	Si
16:54	0	0	0	15	Control enfriamiento	No
17:15	0	0	0	15	Fin mediciones	No

**Tabla N°11:** Bitácora de trabajo. Reactor de WS utilizando óxido de hierro, a 1 [bar] de presión de trabajo y con vapor de agua a 150°C.

Hora	Voltaje [V]	Corriente [A]	Flujo N2 [g/min]	Flujo de vapor [g/min]	Observación	Flujo reactor
12:08	0	0	2,5	0	Purga inicial	Si
12:19	50	3,3	0	0	-	No
12:20	100	6,7	0	0	-	No
12:21	150	9,8	0	0	-	No
12:22	160	10,4	0	0	-	No
12:23	170	11	0	0	-	No
12:24	180	11,7	0	0	-	No
12:25	190	12,4	0	0	-	No
12:55	190	12,4	6,3	0	Reducción	Si
14:00	180	11,6	6,3	0	800 [°C]	Si
14:01	170	11	6,3	0	Reducción	Si
14:03	160	10,4	6,3	0	Reducción	Si
14:10	160	9,8	6,3	0	Reducción	Si
14:15	140	9,1	6,3	0	Reducción	Si
14:22	0	0	6,3	0	Cambio bobina	Si
14:28	50	3,3	6,3	0	Reducción	Si
14:33	100	6,6	6,3	0	Reducción	Si
14:34	100	6,6	0	10	Pre-calentamiento manguera	No
14:39	120	8	0	10	Pre-calentamiento manguera	No
14:40	140	9,1	0	10	Oxidación	No
14:45	140	9,1	0	10	Oxidación	Si
15:15	120	7,8	0	3	Oxidación	Si
16:35	100	6,5	0	3	Oxidación	Si
16:40	100	6,5	0	3	Ruptura tapón	Si
16:45	100	6,5	2,5	0	Purga final	Si

16:46	0	0	2.5	0	Termocuplas	Si
17:06	0	0	0	0	Fin medición	No

*Tabla N° 12: Bitácora de trabajo. Reactor de WS utilizando óxido de hierro, a 1 [bar] de presión y con vapor de agua a 190 [°C].*

## 8. Bibliografía

- [1] IEA (2022), “World Energy Outlook 2022,” Paris, 2022. Accessed: Mar. 21, 2023. [Online]. Available: <https://www.iea.org/reports/world-energy-outlook-2022?language=es>
- [2] P. Friedlingstein *et al.*, “Global Carbon Budget 2022,” *Earth Syst Sci Data*, vol. 14, no. 11, pp. 4811–4900, Nov. 2022, doi: 10.5194/essd-14-4811-2022.
- [3] Comisión Nacional de Energía, “Factores de Emisión – Energía Abierta | Comisión Nacional de Energía,” 2023. <http://energiaabierta.cl/visualizaciones/factor-de-emision-sic-sing/> (accessed Mar. 22, 2023).
- [4] H. Meng-Tian and Z. Pan-Mao, “Achieving Paris Agreement temperature goals requires carbon neutrality by middle century with far-reaching transitions in the whole society,” 2021, doi: 10.1016/j.accre.2021.03.004.
- [5] M. Meinshausen *et al.*, “Realization of Paris Agreement pledges may limit warming just below 2 °C,” *Nature* 2022 604:7905, vol. 604, no. 7905, pp. 304–309, Apr. 2022, doi: 10.1038/s41586-022-04553-z.
- [6] F. Salomone, E. Giglio, D. Ferrero, M. Santarelli, R. Pirone, and S. Bensaid, “Techno-economic modelling of a Power-to-Gas system based on SOEC electrolysis and CO2 methanation in a RES-based electric grid,” *Chemical Engineering Journal*, vol. 377, p. 120233, Dec. 2019, doi: 10.1016/J.CEJ.2018.10.170.
- [7] “Cushing, OK WTI Spot Price FOB (Dollars per Barrel).” <https://www.eia.gov/dnav/pet/hist/LeafHandler.ashx?n=pet&s=rwtc&f=m> (accessed Apr. 11, 2023).
- [8] “Global crisis | UNCTAD.” <https://unctad.org/global-crisis> (accessed Apr. 11, 2023).

- [9] "Primary energy consumption by source, World."  
<https://ourworldindata.org/grapher/primary-sub-energy-source> (accessed Apr. 13, 2023).
- [10] "RMensual\_v202303".
- [11] "RMensual\_ERNC\_v202303".
- [12] "Hidrógeno | Propiedades, usos y hechos | británica."  
<https://www.britannica.com/science/hydrogen> (accessed Apr. 28, 2023).
- [13] "Diciembre 2011."
- [14] Z. Abdin, A. Zafaranloo, A. Rafiee, W. Mérida, W. Lipiński, and K. R. Khalilpour, "Hydrogen as an energy vector," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 120. Elsevier Ltd, Mar. 01, 2020. doi: 10.1016/j.rser.2019.109620.
- [15] K. J. Dillman and J. Heinonen, "A 'just' hydrogen economy: A normative energy justice assessment of the hydrogen economy," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 167, Oct. 2022, doi: 10.1016/j.rser.2022.112648.
- [16] "How Much Will Hydrogen-Based Power Cost?"  
<https://www.powermag.com/how-much-will-hydrogen-based-power-cost/> (accessed Jul. 24, 2023).
- [17] I. A. , R. H. S. , S. M. A. , & H. D. Hassan, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 2021.
- [18] J. O. , P. A. P. I. , A. E. , & P. O. M. Abe, "Hydrogen energy, economy and storage: review and recommendation.," *Int J Hydrogen Energy*, pp. 15072–15086, 2019.
- [19] S. Z. Baykara, "Experimental solar water thermolysis," *Int J Hydrogen Energy*, vol. 29, no. 14, pp. 1459–1469, Nov. 2004, doi: 10.1016/j.ijhydene.2004.02.011.
- [20] E. Zoulias, E. Varkaraki, N. Lymberopoulos, C. N. Christodoulou, and G. N. Karagiorgis, "A REVIEW ON WATER ELECTROLYSIS."
- [21] P. DE HIDRÓGENO POR OXIDACIÓN PARCIAL DE METANO SOBRE ESPINELAS DE ALUMINATO DE NÍQUEL Alumno, A. Tamame, and A. Fecha, "TRABAJO FIN DE GRADO INGENIERÍA QUÍMICA," 2015.

- [22] M. , K. A. , & B. M. Kayfeci, *Solar Hydrogen Production (Chapter 3)*. 2019.
- [23] M. Gopinath and R. Marimuthu, "A review on solar energy-based indirect water-splitting methods for hydrogen generation," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 47, no. 89. Elsevier Ltd, pp. 37742–37759, Nov. 01, 2022. doi: 10.1016/j.ijhydene.2022.08.297.
- [24] "BoletinGEC\_034\_art3".
- [25] G. E. Beghi, "Int. J. Hydrogen Energy," pp. 761–771, 1986.
- [26] A. Steinfeld, "Solar thermochemical production of hydrogen: a review," pp. 603–615, 2005.
- [27] D. Stolen, "Hydrogen and fuel cells: fundamentals, technologies and applications," 2010.
- [28] A. W. C. Perkins, "Solar–thermal production of renewable hydrogen," 2009.
- [29] Alicia Bayón Sandoval, "Producción de hidrógeno mediante ciclos termoquímicos basados en compuestos de Na y Mn acoplados a energía solar de concentración," Universidad Rey Juan Carlos, 2014.
- [30] H. Kaneko, N. Gokon, N. Hasegawa, and Y. Tamaura, "Solar thermochemical process for hydrogen production using ferrites," in *Energy*, Elsevier Ltd, 2005, pp. 2171–2178. doi: 10.1016/j.energy.2004.08.020.
- [31] A. Roine, "HSC Chemistry 5.1. Outokumpu Research Oy," Pori, Finland, 2002.
- [32] Ari Rabl, *Active Solar Collectors and Their Applications*. Oxford University Press, 1985.
- [33] T. Kodama, *Progress in Energy and Combustion Science*. High-temperature solar chemistry for converting solar heat to chemical fuels, 2003.
- [34] "Núcleos de Ferrita: um pouco de historia, propriedades y aplicaciones – Magmattec." <https://www.magmattec.com.br/es/materiais-magneticos-e-aplicacoes-es/nucleos-de-ferrita-um-poco-de-historia-propiedades-y-aplicaciones> (accessed Jul. 21, 2023).
- [35] "Óxido de cerio (IV): estructura, propiedades, usos." <https://www.lifeder.com/oxido-de-cerio-iv/> (accessed Jul. 25, 2023).

- [36] Sebastián D. García, “Diseño, construcción y puesta en marcha de un sistema de separación térmica de la molécula de agua mediante energía solar para la obtención de hidrógeno.,” 2021.
- [37] “Kanthal® A-1 — Kanthal®.” <https://www.kanthal.com/es-es/productos/fichas-tecnicas-de-materiales/fleje/kanthal-a-1/> (accessed Jul. 23, 2023).
- [38] “Thermocouple Guide: Everything You Need To Know.” <https://www.omega.com/en-us/resources/thermocouple-hub> (accessed Jul. 23, 2023).