2021-08

PROPUESTA DE METODOLOGÍA DE DISEÑO SISTEMÁTICO APLICADA AL DESARROLLO DE SISTEMAS DE REFRIGERACIÓN CRIOGÉNICA

MENA FREDES, RAFAEL ENRIQUE ALBERTO

<https://hdl.handle.net/11673/52700>

Repositorio Digital USM, UNIVERSIDAD TECNICA FEDERICO SANTA MARIA

UNIVERSIDAD TECNICA FEDERICO SANTA MARÍA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA

VALPARAÍSO – CHILE

“Propuesta de metodología de diseño sistemático aplicada al desarrollo de sistemas de refrigeración criogénica”

Rafael Enrique Alberto Mena Fredes

**MEMORIA DE TITULACIÓN PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERO CIVIL MECÁNICO**

PROFESOR GUÍA: Christopher Cooper Villagrán

PROFESOR CORREFERENTE: Rodrigo Barraza Vicencio

Agosto-2021

Agradecimientos

Con todo mi amor para mis mas cercanos.

Agradecer especialmente a mis padres y hermanos por su apoyo incondicional. A mis amigos, por siempre creer en mi y entregarme esa palabra de aliento que nunca estuvo de mas. A Francisca por su entrega y amor. A mis compañeros por su camaradería y bondad. Y a todos los que de alguna forma formaron parte de este lindo proceso.

Les estaré a todos eternamente agradecido.

Resumen

A partir del análisis de un criostato de inmersión desarrollado para la generación de un cristal de amoníaco, se propone una metodología para mejorar el proceso de diseño de estos equipos. La metodología propuesta se basa en una Metodología de Diseño Sistemático, donde se propone de forma estructurada cómo debe realizarse el desarrollo de sistemas técnicos. En el desarrollo del trabajo se utilizan las herramientas de la Metodología de Diseño Sistemático para realizar un análisis técnico detallado del caso de estudio. Como resultado, se obtuvo una metodología de desarrollo y material de utilidad para futuras experiencias en el diseño de sistemas de refrigeración criogénica.

Palabras Claves: Criostatos de inmersión, Diseño, Desarrollo tecnológico, Criogenia, Metodología de Diseño Sistemático.

Abstract

Based on the analysis of an immersion cryostat developed for the generation of an ammonia crystal, a methodology is proposed to improve the design process of this equipment. The proposed methodology is based on a Systematic Design Methodology, where it is proposed in a structured way how the development of technical systems should be carried out. In the development of the work, the tools of the Systematic Design Methodology are used to perform a detailed technical analysis of the case study. As a result, a development methodology and useful material for future experiences in the design of cryogenic refrigeration systems was obtained.

Keywords: Immersion cryostats, Design, Technological development, Cryogenics, Systematic Design Methodology.

Glosario

- MDS: Metodología de diseño sistemático.
- RC: Refrigerador criogénico.
- LN2: Nitrógeno en estado líquido.
- LHe: Helio en estado líquido.
- Dewar: Recipiente para el almacenamiento de fluidos criogénicos.
- Know-How: Conjunto de conocimientos que se requiere para poder realizar una determinada actividad.
- CCTVal: Centro Científico y Tecnológico de Valparaíso.
- JLab: Thomas Jefferson National Accelerator Facility.

Índice general

Agradecimientos	I
Resumen	II
Abstract	III
Glosario	V
Índice de figuras	IX
Índice de cuadros	XI
1. Introducción	1
2. Introducción a metodología de diseño	4
2.1. Definición del proceso de diseño	4
2.2. ¿Qué se espera del proceso de diseño?	6
2.3. Descripción de metodología guía	8
2.3.1. Planificación y clarificación de requerimientos	9
2.3.2. Diseño conceptual	10
2.3.3. Diseño de materialización	10
2.3.4. Diseño de detalle	11
2.4. Métodos disponibles en la MDS	12
2.4.1. Métodos para la búsqueda de soluciones	13

2.4.1.1. Uso de catálogos de diseño	15
3. Tecnología criogénica	18
3.1. Introducción a la criogenia	19
3.2. Equipos Criogénicos	20
3.2.1. Criostatos de inmersión	21
3.2.2. Criostatos de flujo	25
3.2.3. Refrigeradores criogénicos	29
3.3. Configuraciones de criostatos de inmersión	33
3.4. Materiales y sus propiedades en aplicaciones criogénicas	37
3.4.1. Transición Dúctil - Frágil	38
3.4.2. Contracción / Dilatación Térmica	39
3.4.3. Conductividad Térmica	42
3.4.4. Calor Específico	44
3.5. Técnicas de unión	45
3.5.1. Unión Bridada	46
3.5.2. Unión soldada	53
3.5.3. Otros métodos de unión	56
3.6. Técnicas de aislación térmica	58
3.6.1. Alto Vacío	58
3.6.2. Aislación Porosa Evacuada	60
3.6.3. Aislación Porosa No-Evacuada	62
3.6.4. Espumas Sólidas	62
3.6.5. Multilayer Insulation	64
3.6.6. Conductividad Térmica Aparente	65
3.7. Transporte de fluidos criogénicos	65
3.7.1. Transporte de LN2	66
3.7.2. Transporte de LHe	68

4. Caso de estudio	71
4.1. Criostato CCTVal	72
4.2. Resumen de antecedentes para análisis de caso de estudio . . .	77
4.2.1. Requerimientos del encargo	77
4.3. Revisión del caso de estudio con la ayuda de herramientas de la MDS	78
4.3.1. Sistema de refrigeración criogénica	78
4.3.2. Configuración criostato de inmersión	90
4.3.3. Materiales para aplicaciones criogénicas	94
4.3.4. Técnicas de unión en aplicaciones criogénicas	97
4.3.5. Técnicas de aislación térmica en criogenia	100
4.3.6. Métodos para el transporte de fluidos criogénicos	103
5. Conclusiones y recomendaciones	105
5.1. Sobre criostato de caso de estudio	105
5.2. La MDS como herramienta de diseño	106
5.3. Como herramienta de desarrollo tecnológico	107
Bibliografía	109
Anexos	111
Anexo A: Técnicas de refrigeración	112
Anexo B: Catálogo de diseño de configuraciones típicas de criostatos de inmersión	113
Anexo C: Materiales de uso común en criogenia	114
Anexo D: Técnicas de unión	115
Anexo E: Catálogo de diseño sobre técnicas de aislación para aplica- ciones criogénicas	116
Anexo F: Tabla de clasificación para tecnologías de transporte de flui- dos criogénicos	117

Índice de figuras

2.1. Diagrama de flujo de información en el proceso de diseño	6
2.2. Proceso de diseño según Pahl and Beitz	9
2.3. Métrica de clasificación para sistemas de almacenamiento de energía	15
3.1. Escala logarítmica de temperatura centrada en 0°C	19
3.2. Criostato de inmersión	22
3.3. Vista en corte de criostato de inmersión	23
3.4. Esquema de criostato de flujo en configuración simple	26
3.5. Esquema general de sistema de refrigeración de flujo continuo .	27
3.6. Refrigeradores criogénicos (G-M Cycle y Pulse-Tube)	30
3.7. Dewar abierto LN2	33
3.8. Dewar para He abierto con chaqueta de LN2	34
3.9. Dewar para He abierto con MLI	35
3.10. Dewar para He para inserto desmontable	36
3.11. Estructura cristalina de los metales	39
3.12. Arreglo de junta utilizando una golilla de Invar	40
3.13. Contracción/Dilatación térmica de algunos materiales de uso común en criogenia	42
3.14. Conductividad térmica de algunos materiales de uso común en criogenia	43

3.15. Calor específico en base volumétrica de algunos materiales de uso común en criogenia	45
3.16. Seis tipos de bridas para aplicaciones de alto-vacío	48
3.17. Detalle de junta bridada CF	49
3.18. Detalle de junta bridada ISO K	49
3.19. Detalle de junta bridada ISO KF	50
3.20. Configuración de junta con “Indium O-ring”	51
3.21. Configuración típica de junta VCR	52
3.22. Recomendaciones para aplicación de soldadura TIG para aplicaciones de Alto-Vacío	54
3.23. Ejemplo de aplicación de unión con técnica de Soldadura Fuerte	55
3.24. Requerimientos de vacío para diversas aplicaciones	59
3.25. Ejemplo de aplicación de técnica de Alto Vacío	60
3.26. Perlita expandida para aislación criogénica	62
3.27. Ejemplo de aplicación de espuma de Poliéster	63
3.28. Ejemplo de aplicación MLI	64
3.29. Ficha técnica Dewar almacenamiento y suministro LN2 auto presurizado	67
3.30. Manguera flexible no aislada de acero inoxidable para el transporte de LN2	68
3.31. Manguera flexible no aislada de acero inoxidable para el transporte de LN2	70
4.1. Componentes principales de Criostato CCTVal	73
4.2. Detalle componentes principales Criostato CCTVal	73
4.3. Primera configuración de operación de Criostato	75
4.4. Segunda configuración de operación de Criostato	76

Índice de cuadros

2.1. Métodos disponibles en la MDS para la búsqueda de soluciones	13
2.2. Sección de catálogo de diseño para la selección de rodamientos NSK	17
3.1. Contracción térmica para materiales de uso común en criogenia	41
4.1. Requerimientos principales criostato CCTVal	77
4.2. Cruce de requerimientos principales del caso de estudio con ca- racterísticas principales de sistema de refrigeración por inmersión	80
4.3. Cruce de requerimientos principales del caso de estudio carac- terísticas de alternativas disponibles	84
4.4. Comparación de características de criostato de inmersión, flujo gas y flujo líquido	85
4.5. Tecnología de unión utilizadas en criostato de caso de estudio .	98
4.6. Resumen de uniones bridadas en criostato de caso de estudio .	99

Capítulo 1

Introducción

¿Cómo los seres humanos desarrollamos tecnología? ¿Qué diferencia un desarrollo exitoso de uno que no lo es? ¿Cómo se puede asegurar un desarrollo tecnológico exitoso? ¿Cómo se puede mejorar el proceso de diseño de objetos tecnológicos?

Estas fueron algunas de las interrogantes que motivaron el desarrollo de este trabajo. Es altamente probable que no se tenga una sola respuesta para cada una de estas interrogantes, y este trabajo tampoco pretende dar respuesta a estas, si no, mas bien aportar a la discusión entregando una propuesta para el desarrollo tecnológico, particularmente al desarrollo de sistemas de refrigeración criogénica.

Esta propuesta está basada en la Metodología de Diseño Sistemático desarrollada por Pahl y Beitz [1]. Esta metodología entrega un detallado y estructurado procedimiento de cómo realizar el diseño de objetos tecnológicos. En el presente trabajo, se toman los conceptos principales de esta metodología, y para el desarrollo práctico de la propuesta, se da uso a los métodos para búsqueda y selección de alternativas de diseño.

Lo anterior resultó en una búsqueda sistemática de bibliografía asociada a la ingeniería y diseño en criogenia. A partir del análisis del caso de estu-

dio y la búsqueda bibliográfica, se definieron 6 dimensiones generales sobre la que se realiza el estudio: sistemas de refrigeración criogénica, configuraciones existentes para criostatos de inmersión, materiales de uso común en criogenia, técnicas de unión en aplicaciones criogénicas, técnicas de aislación para aplicaciones criogénicas y finalmente, tecnologías de transporte de fluidos criogénicos.

En la sección de tecnología criogénica, se puede encontrar una reseña con el detalle de cada una de estas 6 dimensiones. Además, se desarrolló un catálogo de diseño o una tabla de clasificación para cada una de estos. Estos documentos representan de forma gráfica las características principales de las tecnologías disponibles para cada una de las dimensiones estudiadas. Estos documentos fueron el principal insumo para el análisis del caso de estudio realizado en el capítulo 4.

El desarrollo del caso de estudio fue albergado por el Centro Científico y Tecnológico de Valparaíso (CCTVal), el cual a través de un acuerdo de colaboración con el Thomas Jefferson National Accelerator Facility (JLab), estudiaron y desarrollaron la factibilidad técnica de la generación de un cristal de amoníaco. El proceso de cómo se llevó a cabo el desarrollo parte de la infraestructura técnica para lograr este objetivo, específicamente el desarrollo de un criostato de inmersión, corresponde al proceso analizado en este trabajo.

El objetivo del análisis efectuado sobre el caso de estudio, es en primera instancia validar la metodología propuesta como un procedimiento que permita evaluar técnicamente las decisiones que se tomaron en el desarrollo del caso de estudio. Y por otra parte, ser un catalizador para la elaboración de propuestas de diseño para este caso u otro relacionado con esta tecnología.

Con todo esto, se espera que el lector pueda familiarizarse con la metodología de diseño sistemático, aprender sobre sus limitaciones y sobre sus virtudes. También se espera, que el material generado para este trabajo pueda ser de utilidad para desarrollos futuros en el área de la refrigeración criogénica.

Y por ultimo, que esta herramienta pueda canalizar el gran esfuerzo que implica el desarrollo de cualquier equipo de características similares a este, cuide la información generada a lo largo de todo ese proceso y disponga de ella de una forma adecuada y útil para quien requiera de esta en un futuro cercano.

Capítulo 2

Introducción a metodología de diseño

2.1. Definición del proceso de diseño

En el contexto del desarrollo de productos, como también en el diseño en ingeniería, se puede definir el diseño como un proceso creativo que a partir de requerimientos concibe y define un objeto. Esta definición representa la abstracción del proceso para diseño en ingeniería planteado por Pahl & Beitz, en su libro “Engineering Design: A systematic approach”, donde se enuncia lo siguiente:

El proceso de diseño y planificación del desarrollo de un producto requiere, en primer lugar la clarificación del encargo, pasando luego por la identificación de las funciones requeridas, la elaboración de soluciones conceptuales, la materialización de las soluciones y finalmente la integración de los principios materializados en un producto.[1]

Un análisis simple a la definición inicial nos permite identificar 3 elementos claves. Los requerimientos, el proceso y el objeto.

Los requerimientos corresponden a un conjunto de características que se

espera que el objeto contenga. Esta información generalmente no se encuentra disponible como se quisiera, si no que la mayor parte de las veces se encuentra de forma implícita en opiniones y/o aseveraciones de la dirección de las empresas, como también en deseos de clientes y consumidores, las cuales no siempre resultan evidentes. Debido a esto, se puede decir que el trabajo del equipo de diseño comienza con la aclaración y búsqueda de los requerimientos esenciales. Este es el primer paso para enfrentar adecuadamente el proceso de diseño.

El proceso corresponde a lo que comúnmente se entiende por diseño y es aquí donde se encuentra la mayor parte del trabajo de los diseñadores. En primera instancia, se realiza una búsqueda y evaluación de posibles soluciones que cumplan los requerimientos y expectativas. Luego, estas soluciones deben ser materializadas en elementos tangibles, a nivel de componente y conjunto. Este proceso es de carácter iterativo, y es muy común que a medida que avance el grado de materialización algunas alternativas de solución recién puedan ser evaluadas y comparadas, lo que puede generar cambios en etapas anteriores del proceso.

Finalmente, y como resultado del proceso se tiene el objeto. Lo que se menciona en este punto como objeto corresponde a nada más que información, en el formato de indicaciones de fabricación. Por lo tanto, el objeto corresponde a información entregada como planos de fabricación, listas de materiales, listas de componentes, entre otros documentos entregables que requiere la manufactura del producto.

Figura 2.1: Diagrama de flujo de información en el proceso de diseño. [Elaboración propia]

El pilar fundamental de este esquema es el proceso, llevado a cabo por los diseñadores. Son los encargados de proponer, evaluar y sintetizar los elementos que desarrollan las funciones elementales del producto. Sin embargo, es importante precisar, que para lograr un desarrollo exitoso, se requiere de grandes dosis de creatividad y conocimiento. Como consecuencia de esto, resulta de gran importancia el contexto en el cual se esté realizando el proceso. Las organizaciones son las encargadas de proporcionar y resguardar el “Know-How”, el conocimiento y la experiencia requerida para lograr diseños maduros que puedan sortear los estándares del mercado del cual formarán parte.

2.2. ¿Qué se espera del proceso de diseño?

Esto depende principalmente del tipo de organización en la cual se este desarrollando el proceso de diseño. Si este se lleva a cabo en alguna organización pública probablemente se esperen ciertos beneficios sociales como resultado del proceso, por otra parte, si este ocurre en el contexto universitario o dentro de algún centro de investigación, es de esperar que el resultado tenga foco en el desarrollo de conocimientos y/o tecnologías. En tanto, como muy bien explica Ulrich [2], desde la perspectiva de una empresa con fines de lucro se espera que el resultado del proceso de diseño sea un producto que se pueda producir y vender con rentabilidad.

Ahora bien, hay algunos mínimos que cualquier desarrollo de productos debe cumplir. A continuación se detallan los puntos más relevantes.

Como se mencionó en la sección anterior, la primera parte del proceso de diseño corresponde a la agrupación de los requerimientos y expectativas que se tienen sobre el objeto. Estos requerimientos tienen diversas fuentes de origen, como lo son por ejemplo los directorios, el estudio del usuario o las comparaciones con objetos similares en el mercado (“Benchmarking”). Se infiere la premisa entonces, de que si el objeto desarrollado cumple con los requerimientos impuestos al inicio del proceso, este por consecuencia debería cumplir todos los requisitos para cumplir su objetivo de desarrollo. Sin embargo, esta definición no contempla que las expectativas y requerimientos puedan estar errados, y por lo tanto, por bueno que sea el trabajo del equipo de diseño, si las visiones sobre el objeto no son las correctas, este no cumplirá con las expectativas que motivaron su desarrollo.

Las características que posee un producto tienen directa relación con su uso y sus funciones, y esto es lo que finalmente los determina como objetos. Los requerimientos para un estanque de agitación industrial son absolutamente distintos que los requerimientos para una batidora de cocina, tomando en cuenta que realizan la “misma función”: Agitar. Lo anterior se comenta para ejemplificar de alguna manera que los requerimientos son propios de cada producto en particular y por lo tanto, es complejo generalizar al respecto.

No obstante, es posible mencionar algunos elementos claves en el desarrollo de productos desde la perspectiva de las organizaciones que pretenden lucrar con el ejercicio de esta actividad. En el texto “Diseño y desarrollo de productos”[2] destacan 5 dimensiones relevantes en el éxito del desarrollo de un producto:

- **Calidad del producto:** Satisface las necesidades del cliente. Es robusto y confiable.

- **Costo del producto:** Costo de manufactura del producto. Determina cuanto utilidad le corresponde a la empresa por un volumen y precio de venta.
- **Tiempo de desarrollo:** En cuanto tiempo se completó el desarrollo del producto.
- **Costo de desarrollo:** Inversión de la empresa en desarrollar el producto.
- **Capacidad de desarrollo:** El equipo y la empresa son mejores para desarrollar productos en el futuro como resultados de su experiencia con un proyecto de desarrollo de productos.

Un alto rendimiento en estas cinco dimensiones debe finalmente llevar al éxito económico [2].

2.3. Descripción de metodología guía

El desarrollo de este trabajo está basado en las metodologías expuestas en el libro “Engineering Design: A Systematic Approach” en su tercera edición en idioma inglés de la editorial Springer. Este a su vez, describe su flujo de trabajo en términos generales en el dominio del desarrollo de productos basados en la VDI¹ Guideline 2221² y 2222³.

La metodología recién mencionada está compuesta por tres elementos. El primero corresponde a la teoría sobre los sistemas técnicos, donde se definen y se estructuran conceptualmente a estos sistemas. También define métodos para la búsqueda, evaluación y selección de ideas y posibles soluciones. Estos métodos pueden ser aplicados en distintas instancias a lo largo del proceso de diseño. Finalmente, y como se comentará a continuación, se presenta un mapa

¹VDI: Verein Deutscher Ingenieure (Asociación Alemana de Ingenieros)

²VDI 2221: Systematic approach to the development and design of technical system and products

³VDI 2222: Methodic of solution principles

de ruta del proceso de diseño. Aquí se define el proceso de diseño respecto a la concretización de la solución, partiendo de la búsqueda y clarificación de los requerimientos hasta el desarrollo de los documentos de fabricación del equipo u objeto.

Considerando lo anterior, y como hoja de ruta, los autores plantean dividir el proceso de diseño en las cuatro etapas que se muestran a continuación:

Figura 2.2: Proceso de diseño según Pahl and Beitz, 2013. [Elaboración propia]

2.3.1. Planificación y clarificación de requerimientos

Es necesario clarificar el encargo con detalle antes de iniciar el desarrollo del producto. El propósito de esta etapa es recoger información acerca de los requerimientos que deben ser cubiertos por el producto, considerando sus restricciones e importancia. Está actividad tiene como resultado la especificación de la información en forma de una lista de requerimientos. La etapa de diseño conceptual y las siguientes están basadas en este documento.[1]

Como menciona la cita, esta etapa define los objetivos y los alcances del proceso de diseño. Una actividad importante para cualquier actividad que involucre desarrollo.

2.3.2. Diseño conceptual

La fase de diseño conceptual determina el principio de solución. Esto se alcanza abstrayendo la esencia del problema, estableciendo las estructuras de funcionamiento, buscando principios de funcionamiento aplicables y finalmente, combinando todo esto en una estructura de funcionamiento. El resultado de esta etapa es un principio de solución o concepto. [1]

Tal como menciona la definición entregada por Pahl [1] es en esta etapa donde se define la solución al encargo y/o problemática. Para ejemplificar el grado de concretización de este proceso, se dice que hasta este punto se deben tener dibujos y esquemas que representen los componentes principales y expliquen su relación y funcionamiento. A partir de los dibujos a escala y el trabajo de resolver la posible interferencia de los componentes, corresponderían a la etapa de diseño de materialización, el cual es descrito a continuación.

2.3.3. Diseño de materialización

Durante esta fase, los diseñadores comienzan desde un concepto (Estructura de funcionamiento, principio de solución), donde se determina la estructura constructiva de un sistema técnico de acuerdo a un criterio técnico-económico. El diseño de materialización tiene como resultado planos de fabricación.[1]

En este punto se pone a prueba la experiencia y capacidad del equipo de diseño. Todas las suposiciones realizadas en el diseño conceptual deben ser aterrizadas y materializadas. Corresponde a la etapa mas compleja del proceso de diseño, puesto que se debe realizar una gran cantidad de actividades en simultaneo, como lo es la búsqueda y selección de componentes, el asegurar la compatibilidad geométrica de todos los elementos, cálculos térmicos y/o estructurales, y la verificación que todos los requerimientos estén siendo completamente satisfechos, entre otras actividades.

Este proceso se conoce en el rubro de la ingeniería como ingeniería de

detalle, y corresponde al nivel de desarrollo requerido para la fabricación de un equipo, dispositivo o producto. Es decir, deben estar determinados al menos, materiales, dimensiones, ajustes y tolerancias, métodos de fabricación, ensamble general y componentes comerciales del producto.

2.3.4. Diseño de detalle

Esta es la etapa en el proceso de diseño en la cual el arreglo, la forma, las dimensiones, y propiedades superficiales de cada una de las partes se encuentran ya definidas, los materiales especificados, posibilidades de producción estudiadas, costos estimados y todos los planos y otros documentos de fabricación producidos. La etapa de diseño de detalle tiene como resultado la especificación de la información en forma de documentación de la producción.[1]

Tal como se menciona en la definición, en esta fase se generan todos los documentos de producción. Como lo son los planos de ensamblaje y el listado de componentes. Una vez que estos documentos han sido terminados puede ser iniciada la fabricación del producto. Este proceso no se abordará en el presente trabajo de título, esto debido a que el objetivo de este trabajo se encuentra en la concepción y materialización del objeto, y no en los detalles propios de la producción.

Si bien, el proceso de diseño recién descrito se presenta como un proceso lineal, es importante mencionar la naturaleza iterativa de este. Es altamente improbable que el proceso sea llevado a cabo sin tener que volver atrás en alguna etapa, esto se explica principalmente por la necesidad de contar con información de mejor calidad y mas concreta para la toma de decisiones adecuadas. Esto solo ocurre a medida que el proceso avance en concretización.

De acuerdo con la definición del proceso de diseño y cada una de sus partes, el desarrollo del presente trabajo se extiende hasta la etapa de diseño

conceptual. El objetivo del presente trabajo tiene relación con la elaboración de un concepto con un alto nivel de especificaciones, que permita posteriormente reducir iteraciones y ahorrar tiempo en los procesos posteriores.

2.4. Métodos disponibles en la MDS

La Metodología de Diseño Sistemático (MDS) dispone de una serie de herramientas que pueden ser aplicados en diversos momentos durante el proceso de diseño. Se pueden encontrar métodos para la búsqueda de posibles soluciones, los cuales son aplicables principalmente en la fase de diseño conceptual. También se encuentran disponibles métodos para la evaluación de las soluciones elaboradas, estos métodos son algo mas complejos que los mencionados anteriormente y se recomienda aplicarlos en los momentos que se requiera tomar decisiones relevantes sobre el desarrollo.

Considerando el foco del presente trabajo, sólo los métodos empleados serán detallados.

2.4.1. Métodos para la búsqueda de soluciones

Batería de métodos disponibles para la búsqueda de soluciones	
Métodos Convencionales	Recopilación de información
	Análisis de sistemas naturales
	Análisis de sistemas técnicos
	Analogías
	Mediciones y pruebas
Métodos intuitivos	Brainstorming
	Método 635
	Método de galería
	Método Delphi
	Synectics
	Combinación de métodos
Métodos discursivos	Estudio sistemático de procesos físicos
	Búsqueda sistemática con la ayuda de métricas de clasificación
	Uso de catálogos de diseño
	Combinación sistemática de soluciones
	Combinación de las soluciones con la ayuda de métodos matemáticos

Cuadro 2.1: Métodos disponibles en la MDS para la búsqueda de soluciones.
[1]

A continuación, se detallan los métodos que fueron aplicados en el presente trabajo.

Recopilación de la información

Este método hace referencia a la búsqueda tradicional de información. Es decir, buscar literatura, asistir a ferias y exhibiciones, buscar catálogos, explorar patentes, etcétera [1]. El presente trabajo aborda la aplicación de este método principalmente a través del estudio de bibliografía [3], [4], [5], [6], [7]. Como también con la permanente búsqueda de proveedores y asociaciones a través de internet.

Análisis de sistemas técnicos

El análisis de sistemas técnicos involucra la disección física o mental de equipos o productos ya existentes [1]. El foco de este proceso se sitúa en la observación e identificación de componentes (sub-sistemas), sus respectivas funciones y la relación que tienen con el resto de los componentes. Es posible reforzar el uso de este método con herramientas provenientes de la teoría de sistemas técnicos y de esta manera, poder formular esquemas conceptuales que representen íntegramente el sistema en todas sus dimensiones.

Búsqueda sistemática con la ayuda de métricas de clasificación

El proceso de clasificar las soluciones disponibles para una determinada función respecto a sus características principales, permite tener una noción clara acerca de su aplicación. Este tipo de clasificación se puede aplicar en variadas ocasiones en el proceso de diseño, independiente del grado de concretización de la solución. Es más fácil apreciarlo a través de un ejemplo. En la figura 2.3 se puede apreciar una métrica de clasificación para distintos principios de almacenamiento de energía. En este caso en particular, los principios están categorizados por la forma en que la energía es acumulada.

Type of energy	mechanical	hydraulic	electrical	thermal
Working principle				
1	Pot. energy	Liquid reservoir (pot. energy)	Battery	Mass
2	Moving mass (transl.)	Flowing liquid	Capacitor (electr. field)	Heated liquid
3	Flywheel (rot.)			Superheated steam
4	Wheel on inclined plane (rot. + transl. + pot.)			
5	Metal spring	Other springs (compression of fluid + gas)		
6		Hydraulic reservoir a. Bladder b. Piston c. Membrane (Pressure energy)		

Figura 2.3: Métrica de clasificación para sistemas de almacenamiento de energía.[1]

A partir de este formato, las soluciones se pueden clasificar de tantas formas como características tengan. Lo importante en este ejercicio es centrar la atención sobre lo que se requiere evaluar y sobre este punto, generar una búsqueda sistemática y organizada.

2.4.1.1. Uso de catálogos de diseño

El disponer de información sobre las características de las alternativas de solución disponibles para una determinada problemática, de forma ordenada y orientada a la toma de decisiones es un deseable en cualquier proceso de di-

seño. El acceso a esta información puede reducir considerablemente el tiempo invertido en encontrar y procesar las distintas alternativas de solución disponibles para un determinado problema.

Durante el desarrollo del presente trabajo, se evidenció que el desarrollo de este tipo de documentos podría afectar positivamente cualquier proceso de diseño futuro. Por lo anterior, gran parte del tiempo del desarrollo de este trabajo se destinó a la elaboración de catálogos de diseño en distintos tópicos de la tecnología criogénica, en particular los expuestos en el capítulo siguiente.

El texto ED describe y le da nombre a este tipo de procesamiento de la información y también lo define desde su visión de la teoría del diseño, pero se prefirió utilizar un catálogo de diseño destinado a guiar el proceso de selección de un rodamiento NSK. Esta aproximación es bastante práctica y ha resultado ser de utilidad para el propósito mencionado.

En la fila superior del Cuadro 2.2 superior se puede observar a un listado de las distintas tecnologías de rodamientos disponibles (rodamientos de bolas, de rodillos, de contacto angular, de agujas, etcétera). En la primera columna se puede apreciar las características principales de cada tecnología de rodamientos (Si soportan cargas radiales, axiales, combinadas, o si son apropiados para aplicaciones de alta velocidad, alta precisión, bajo torque, etcétera). Y en las filas y columnas centrales se entrega la información respecto a las características para cada tecnología de rodamiento disponible. Este catálogo en particular, entrega la información cualitativamente con una sensibilidad que permite percibir si es excelente, bueno, aplicable, malo o imposible de utilizar para determinada condición.

Esto mismo se desarrolló para las distintas funciones mayores que son requeridas en los equipos de refrigeración criogénica para aplicaciones de laboratorio. Tal como se mencionó, se espera que este desarrollo sea un aporte relevante para futuros desarrollos, ya sea desde la perspectiva metodológica o en la información que se logró recopilar.

Bearing Types		Deep Groove Ball Bearings	Magneto Bearings	Angular Contact Ball Bearings	Double-Row Angular Contact Ball Bearings	Duplex Angular Contact Ball Bearings	Four-Point Contact Ball Bearings	Self-Aligning Ball Bearings	Cylindrical Roller Bearings	Double-Row Cylindrical Roller Bearings	Cylindrical Roller Bearings with Single Rib
Load Capacity	Radial Loads										
	Axial Loads										
	Combined Loads										
High Speeds											
High Accuracy											
Low Noise and Torque											
Rigidity											
Angular Misalignment											
Self-Aligning Capability							☆				
Ring Separability		☆					☆	☆	☆	☆	
Fixed-End Bearing	☆			☆	☆	☆	☆				
Free-End Bearing	★			★	★	★	★	☆	☆		
Tapered Bore in Inner Ring							☆		☆		
Remarks		Two bearings are usually mounted in opposition.	Contact angles of 15°, 25°, 30° and 40°. Two bearings are usually mounted in opposition. Clearance adjustment is necessary.		Combination of DF and DT pairs is possible, but use on free-end is not possible.		Contact angle of 35°	Including N type	Including NNU type	Including NF type	
Page No.		B5 B31	B5 B28	B47	B47 B70	B47	B47 B72	B77	B85	B85 B110	B85

Excellent
 Good
 Fair
 Poor
 × Impossible
 ← One direction only
 ↔ Two directions

Cuadro 2.2: Sección de catálogo de diseño para la selección de rodamientos NSK.[8]

Capítulo 3

Tecnología criogénica

3.1. Introducción a la criogenia

La criogenia es la ciencia y tecnología relacionada con las temperaturas menores a 120 K ($-153,15^{\circ}\text{C}$). Esta definición no se utiliza como regla general, si no mas bien, como una forma de diferenciar este campo del de refrigeración convencional.[7] La tecnología utilizada en la refrigeración criogénica difiere en muchas formas en relación a la empleada en la refrigeración convencional. Sin embargo, en la práctica estas dos áreas se superponen. La tecnología de refrigeración convencional puede alcanzar las denominadas temperaturas criogénicas. Esto solo ocurre en las temperaturas criogénicas mas elevadas.

Se tiene la impresión de que el rango de temperaturas criogénicas está acotada a un par de cientos de Kelvin, lo que parece poco al comparar con los miles de grados que han sido registrados en las estrellas del universo. A continuación, se muestra una escala logarítmica donde se puede apreciar la magnitud del rango de aplicación de la criogenia.

Figura 3.1: Escala logarítmica de temperatura centrada en 0°C . [7]

En la figura se puede apreciar que el campo de estudio de la criogenia es tan amplio como el de las altas temperaturas. Aun se tiene muy poco conocimiento de qué fenómenos ocurren cuando se está muy cerca del 0 K.

El alcanzar temperaturas mucho menores que las registradas alguna vez sobre la superficie terrestre tiene implicancias en diversas áreas, tanto la ciencia, la industria y el desarrollo tecnológico tienen campos en donde la aplicación de la criogenia cumple un rol fundamental.

Hoy en día, podemos encontrar aplicaciones en las siguientes áreas:

- Almacenamiento y transporte de gases.
- Separación de gases.
- Aplicaciones médicas y biológicas.
- Estudio de las propiedades de los materiales al reducir considerablemente su temperatura.
- Electrónica.
- Superconductores.
- Estudio de física de partículas.

A continuación, se presenta un resumen de las configuraciones mas comunes de equipos criogénicos para aplicaciones de laboratorio.

3.2. Equipos Criogénicos

La refrigeración criogénica se diferencia principalmente de la refrigeración convencional por las temperaturas que puede alcanzar, esto es posible gracias a las propiedades de los fluidos refrigerantes utilizados. Estos provienen de la licuefacción de gases como el Helio, Hidrógeno, Nitrógeno, Neón y Oxígeno.

Esto permite que los fluidos de trabajo alcancen temperaturas extraordinariamente bajas a presión atmosférica.

Otra diferencia que posee la refrigeración criogénica de la convencional, es que gran parte de los equipos operan solo con la transferencia de calor aportada en el cambio de fase del fluido y no por un ciclo cerrado de compresión y expansión, como ocurre en el caso del amoníaco, por ejemplo, cuando es utilizado como refrigerante. Sin embargo, la única forma de obtener fluidos criogénicos es por ciclo cerrado de compresión y expansión similares a los convencionales.

En el mercado hay disponibles diversas configuraciones de equipos criogénicos. En general, su configuración varía según los requerimientos de la experiencia que se quiera realizar. Los parámetros que generalmente los caracterizan son disponibilidad de fluidos criogénicos en el lugar de trabajo, rango de temperatura de operación, potencia de enfriamiento, temperatura requerida, formato de alimentación, entre otras de menor relevancia.

En general, existen tres configuraciones en las cuales se pueden enmarcar los equipos criogénicos, cada cual con sus ventajas y rangos de aplicación. A continuación se caracterizan las configuraciones mencionadas.

3.2.1. Criostatos de inmersión

El procedimiento de enfriamiento en estos equipos consiste en sumergir la muestra o porta muestras directamente en un fluido criogénico. Esta técnica posee una mayor potencia de enfriamiento en comparación con las otras configuraciones y es el método de elección siempre que las fuentes térmicas en la muestra sean un factor importante. También permite un fácil y eficiente enfriamiento para muestras de cualquier morfología, independiente si son láminas, cables, pequeños cristales o formas completamente irregulares. Es importante mencionar que esta tecnología requiere conocimientos sobre el manejo de

fluidos criogénicos.[4]

Como se menciona en el inicio del párrafo anterior, la característica principal de este tipo de criostatos es que la muestra o porta muestras se sumerge directamente en un baño de fluido criogénico. En inglés son conocidos como “*Liquid immersion cryostats*” o “*Bath cryostats*”. Su forma más simplificada corresponde a un recipiente abierto asilado térmicamente que contiene un fluido criogénico.

En la Figura 3.2 se observa una fotografía de un criostato de inmersión disponible en el mercado. La característica principal de este equipo, es que permite insertar cualquier el arreglo que se desee ensayar en un baño de helio en estado líquido (4.2 K).

Figura 3.2: Criostato de inmersión. [6]

En la Figura 3.3 se presenta su vista en corte, donde se puede apreciar de mejor manera los componentes de este equipo.

Figura 3.3: Vista en corte de criostato de inmersión. [6]

En el esquema presentado se observa la siguiente configuración (desde interior a exterior): contenedor de LHe, cámara de vacío, contenedor de LN2, cámara de vacío. Además de esto, el equipo cuenta con un sistema de aislamiento radiativa entre cámaras.¹ Se observan anotaciones sobre tipo de sellos utilizados y ubicación de puertos de alimentación y acoplamientos de equipos auxiliares.

Para este tipo de criostatos existen 2 grandes configuraciones y la elección entre una u otra depende sólo de la temperatura que se requiera alcanzar, ya que uno opera con Helio líquido (LHe) (como el mostrado en las figuras), cuya

¹Comúnmente se utiliza Multi Layer Insulation (MLI) para aislar las cámaras de la radiación térmica.

temperatura de trabajo son 4.2 [K], y la otra alternativa opera con Nitrógeno líquido (LN2) como fluido refrigerante, alcanzando los 77 [K].

Si se requiere reducir la temperatura en un de 4.2 hasta 1 [K] para LHe y de 77 hasta 68 [K] para LN2, es posible reducir la presión dentro de la cámara con una bomba de vacío y de esta forma disminuir la temperatura de saturación de los fluidos, alcanzando así, menores temperaturas.

A continuación se presenta un listado de características mas relevantes de los criostatos de inmersión.

- No se requiere una transferencia continua de fluido criogénico desde un Dewar².
- Usualmente están diseñados para otorgar periodos de operación entre 10 horas y 4 meses.
- Potencia de enfriamiento muy elevada.
- Operación libre de vibraciones.
- Operación silenciosa.
- Costo de equipo moderado.
- Se requiere conocimiento sobre el manejo de fluidos criogénicos.
- Se requiere disponibilidad de fluidos criogénicos.
- Rango de temperatura de operación muy acotado en configuración simple.³

²Dewar: Recipiente cuya función es almacenar fluidos a temperaturas criogénicas.

³Existe la alternativa de configuración mixta al insertar un equipo de refrigeración de flujo.

3.2.2. Criostatos de flujo

Corresponden a sistemas en los cuales la muestra es enfriada por la transferencia de calor entre un elemento conductor, por el cual circula el fluido criogénico, y el porta muestras. Estos sistemas son fáciles de montar, no son demasiado costosos, son libre de vibraciones y tienen un excelente desempeño para una operación con temperatura variable. Requiere de experiencia en el manejo de fluidos criogénicos.[4]

Cuando se requiere variar la temperatura a través de un amplio rango (4-350 K) con un alto desempeño en el control de esta, es recomendable utilizar criostatos de flujo. Este tipo de equipo se encuentra disponible comercialmente.

En los sistemas de refrigeración de flujo la muestra es montada sobre una “placa fría” (elemento conductor), usualmente fabricada en cobre. También existen configuraciones en las cuales el fluido refrigerante pasa a través de la muestra. Esta configuración es útil cuando la muestra posee una baja conductividad térmica. La “placa fría” es enfriada continuamente por un flujo criogénico suministrado desde un Dewar. En algunos casos el fluido puede ser aportado desde el mismo criostato, en este caso puede cumplir la función auxiliar de cámara de aislación, como el caso de los criostatos de inmersión. Luego de esto el fluido es venteado al ambiente o recuperado.

La temperatura de la “placa fría” es determinada por el caudal de fluido criogénico que pasa a través de él. Por esta razón este componente debe estar ajustado a una temperatura un poco menor a la requerida en la muestra. El ajuste fino de la temperatura está dado por una fuente térmica (resistencia) adosada a esta, la cual es regulada por un controlador de temperatura automático. Típicamente se puede determinar la temperatura con una exactitud de $\pm 2[mK]$. La válvula reguladora de caudal debe ser controlada electrónicamente.[4]

En la Figura 3.4 se presenta una configuración sencilla de un criostato de flujo.

Figura 3.4: Esquema de criostato de flujo en configuración simple. [4]

En la parte derecha de la figura se observa un *Dewar* de almacenamiento (1), y a la izquierda de la imagen se aprecia un criostato de flujo en configuración simple (2).

En este caso el criostato es alimentado a través de una línea de transferencia aislada al vacío, el flujo es impulsado por la diferencia de presión entre el Dewar de almacenamiento y el criostato. El flujo es regulado por una válvula ubicada al inicio de la línea de transferencia. Una vez que el fluido ingresa al criostato cambia de fase al interactuar con la “placa fría”. Es importante destacar la existencia de una resistencia (“heater”) que entrega calor y permite regular, en conjunto con el control del caudal, la temperatura a la cual se encuentra la muestra.

Esta configuración es una de las más sencillas encontradas tanto en la

bibliografía adjunta como en catálogos comerciales, es mas común encontrar configuraciones mas complejas que entregan al usuario un control digital de las variables de interés.

En la Figura 3.5 se presenta el esquema general de un sistema de refrigeración criogénica de flujo continuo con recuperación de Helio.

Figura 3.5: Esquema general de sistema de refrigeración de flujo continuo. [4]

En este caso el criostato no posee la capacidad de almacenar fluido criogénico, por lo que debe ser proporcionado por un *Dewar* de alimentación (1). La alimentación es llevada a cabo a través de la línea de transferencia (5) que se encuentra conectada directamente al criostato.

La configuración expuesta en la figura posee un sistema de recuperación de Helio, conformado por una bomba de diafragma (4) y un controlador de flujo para LHe (3). Dependiendo la tasa de consumo del fluido criogénico la

instalación de un sistema de recuperación puede ser económicamente viable, esto debido a los altos costos de operación que significa el uso de helio como refrigerante.

El control de la temperatura en la muestra se lleva a cabo con un controlador PID (2)⁴. Este equipo recibe señales sobre la temperatura en los termopares adheridos a la muestra, en función de esto regula la corriente que circula por la resistencia y de esta forma el equipo es capaz de trabajar a la temperatura que se requiera.

A continuación se presentan las características principales de los criostatos de flujo:

- Fácil ajuste de temperatura.
- Excelentes para realizar experiencias que requieran variar la temperatura de forma muy precisa en un rango amplio.
- Costo de equipo razonable.
- Operación libre de vibraciones.
- Se requiere conocimiento sobre el manejo de líquidos criogénicos.
- Se requiere disponibilidad de fluidos criogénicos.
- Poseen bajas potencias de enfriamiento.
- Operación con corrientes eléctricas pequeñas debido a su baja potencia.

⁴Mecanismo de control simultáneo por retroalimentación utilizado ampliamente en sistemas de control industrial.

3.2.3. Refrigeradores criogénicos

Corresponden a sistemas de ciclo cerrado de refrigeración. Los refrigeradores criogénicos son la única alternativa cuando no se tiene disponibilidad de fluidos criogénicos. Están restringidos por bajas potencias de enfriamiento, inducción de vibraciones a la muestra y una elevada inversión inicial. [4]

Como se menciona en el párrafo anterior la principal diferencia de los refrigeradores criogénicos respecto a los criostatos de inmersión o de flujo es que la refrigeración está dada por un sistema de ciclo cerrado, lo cual elimina el costo de estar continuamente operando con fluidos criogénicos.

El modelo más común de refrigerador criogénico es el Gifford-McMahon (G-M) de dos etapas. En la primera etapa se alcanza una temperatura entre 40 a 80 [K] y sirve como escudo térmico, encapsulando la segunda etapa, la cual generalmente alcanza una temperatura de 10 [K]. Pueden alcanzar temperaturas cercanas a los 4 [K] añadiendo etapas de regeneración en la segunda etapa. La potencia de enfriamiento de estos dispositivos usualmente se encuentra entre 0.5 y 2 [W], siendo 1 [W] el valor más típico. [4]

Dentro de las desventajas de estos equipos se puede mencionar la restricción de su uso a muestras con fuentes térmicas pequeñas, también requiere de largos intervalos para alcanzar la temperatura deseada y puede inducir vibraciones considerables en la muestra, lo cual puede generar ruido indeseable en las mediciones.

Figura 3.6: Refrigeradores criogénicos (G-M Cycle y Pulse-Tube). [9]

En la figura se visualizan dos tecnologías que cumplen la misma función. A la izquierda se observa un refrigerador criogénico de ciclo G-M y a la derecha vemos un “Pulse-Tube Cryocooler”.

En los refrigeradores “Pulse-Tube” las vibraciones que se generan en la muestra del criostato son de dos órdenes de magnitud mas pequeños que los que se generan en un “G-M Cryocooler”. Además, son equipos mucho mas confiables, ya que no poseen partes móviles en su segunda etapa. Son los refrigeradores criogénicos mas eficientes en el rango de 60 – 120 [K] y pueden alcanzar temperaturas por bajo de los 2 [K] en sistemas de dos etapas. Las técnicas para montar la muestra son similares a las de un criostato de flujo. [4]

En el catálogo Online de “Janis Research Company” se encuentra la comparación de estas dos tecnologías, en la cual destaca tres puntos dónde exis-

ten diferencias considerables al momento de seleccionar uno de estos equipos.

1. Precio:

En general, los refrigeradores G-M son más económicos que los Pulse-Tube para una misma potencia de enfriamiento.

2. Vibraciones:

Ambos refrigeradores poseen componentes mecánicos en su interior, por lo que generan vibraciones durante su operación. Los Pulse-Tube inducen menos vibraciones que los refrigeradores G-M.

3. Orientación:

Los refrigeradores Pulse-Tube debe estar orientados como se muestra en la figura, es decir, en una posición vertical respecto a su eje mas prolongado. En cambio, los refrigeradores G-M pueden ser montados en cualquier orientación con el cuidado que estos pueden perder potencia de enfriamiento al no ser montados verticalmente.

Finalmente “Janis Research Company” recomienda lo siguiente para la elección de un refrigerador criogénico.

Si se requiere que las vibraciones en la muestra sean menores que 20 micrones o si efectivamente se requiere instalar un sistema de aislación para las vibraciones un **Refrigerador Pulse-Tube** es la opción más adecuada.

Por otra parte, si las vibraciones por sobre 20 micrones son aceptables, el criostato no está fijado por uniones rígidas (soldadura, por ejemplo) y/o se requiere montar el refrigerador con una orientación no vertical, la opción mas adecuada es un **refrigerador G-M Cycle**.

A continuación se presenta un listado con las características principales de los refrigeradores criogénicos.

Características generales

- Son la única alternativa cuando no se tiene disponibilidad de fluidos criogénicos.
- Poseen bajas potencias de enfriamiento.
- Deben operar con fuentes térmicas pequeñas debido a su baja potencia de enfriamiento.
- Costo elevado de equipo.⁵
- Operación sujeta a vibraciones.

⁵Sin embargo, sigue siendo más económico que un sistema de generación de fluido criogénico si es que este no se encuentra disponible comercialmente.

3.3. Configuraciones de criostatos de inmersión

Como se mencionó en la descripción de la metodología de diseño sistemático, el análisis de sistemas técnicos existentes y la búsqueda de bibliografía afín corresponden a métodos convencionales para la búsqueda de soluciones al encargo de diseño. En este contexto, se presentan cuatro configuraciones de criostatos para inmersión de muestras. Se presentan en orden ascendente según su complejidad y prestaciones. A continuación, se comentarán los detalles técnicos de estas configuraciones, así como sus características de operación mas relevantes.

FIGURE 2.1 OPEN NECK LIQUID NITROGEN DEWAR

Figura 3.7: Dewar abierto LN2. [10]

El criostato de la figura 3.7 está diseñado para operar con LN2. Esta consiste en un recipiente interior que contiene al fluido criogénico, el cual se encuentra rodeado por una cámara que cumple la función (cuando es evacuada) de chaqueta de vacío. Esta chaqueta aísla el recipiente de LN2 de las condiciones ambientales, mitigando la transferencia de calor mediante conducción residual entre gases y convección. En la imagen se refiere con el término “Charcoal Getter” a un recipiente que contiene carbón activado, elemento que cumple la función de adsorber gases residuales y así mejorar la condición de vacío de la cámara. [10]

FIGURE 2.2 OPEN NECK NITROGEN SHIELD LIQUID HELIUM DEWAR

Figura 3.8: Dewar para He abierto con chaqueta de LN2. [10]

El criostato de la figura 3.8 corresponde a un criostato diseñado para operar con LHe. Este está constituido por 4 cámaras. Desde el interior a exterior, se puede mencionar, reservorio de LHe, chaqueta de vacío, reservorio de LN2, y finalmente otra chaqueta de vacío. La función de las tres cámaras exteriores es reducir el ingreso de calor hacia la cámara interna y de esta forma, aumentar la eficiencia del uso de LHe. Es importante notar que esta configuración utiliza como método de aislación el alto vacío (conducción/convección) y la chaqueta de LN2 (radiación).

FIGURE 2.3 OPEN NECK SUPERINSULATED LIQUID HELIUM DEWAR

Figura 3.9: Dewar para He abierto con MLI. [10]

En la figura 3.9 se puede observar un criostato que cumple la misma función que el equipo de la figura 3.8, servir de reservorio de LHe para la inmersión de muestras. Este equipo está compuesto por dos cámaras. Se puede observar

que el método de aislación corresponde a una chaqueta de vacío en conjunto con “Multilayer Insulation” (MLI). Al comparar este equipo con el de la figura 3.8 se observa que este tiene una configuración mas simple de solo dos cámaras, y que utiliza como método de aislación radiativa la MLI en vez de una chaqueta de LN2.

FIGURE 2.6 DETACHABLE TAIL LIQUID HELIUM DEWAR

Figura 3.10: Dewar para He para inserto desmontable. [10]

En la figura 3.10 se aprecia el mismo arreglo de cámaras que en la figura 3.8. También cumple la misma función. Sin embargo, se pueden mencionar

algunas diferencias importantes respecto a sus prestaciones. Este equipo tiene bridas desmontables en todas sus cámaras, lo que lo convierte en un equipo flexible. También se observan puertos de venteo e instrumentación, lo que sin duda permite tener un mayor control sobre este equipo. Es importante notar la diferente materialidad de los sellos para las bridas, la cual dependerá de la temperaturas y presiones de trabajo.

Se espera que luego de esta breve descripción de estas distintas configuraciones de criostatos de inmersión el lector pueda tener una idea de los componentes y funciones principales de estos equipos. Y que esta información cumpla el papel de guiar el desarrollo de nuevos equipos por un camino conocido.

3.4. Materiales y sus propiedades en aplicaciones criogénicas

En cualquier proceso de diseño uno de los primeros pasos de materialización del objeto es la selección de los materiales con los que será construido. Tener una noción sobre el uso de los distintos materiales disponibles y cual es su aplicación siempre será información valiosa para el desarrollo de cualquier equipo.

De acuerdo a lo anterior, esta sección presenta una recopilación bibliográfica de materiales de uso común en aplicaciones criogénicas. Se comentará en que tipo de aplicaciones son utilizados y cuales son sus propiedades mas relevantes. Particularmente, en aplicaciones de refrigeración criogénica las propiedades de transporte de los sólidos tales como, la conductividad térmica y calor específico presentan variaciones considerables respecto a la temperatura. Tales efectos deben ser considerados tanto en los cálculos de ingeniería como en decisiones de diseño. Por otra parte, existen ciertos materiales como

los metales de estructura cristalina B.C.C.⁶, que sufren de una transición de ser materiales dúctiles a temperatura ambiente a materiales frágiles a temperaturas criogénicas [11]. Estos efectos deben ser considerados al momento de seleccionar materiales para aplicaciones donde serán estresados a temperaturas criogénicas. Estos y otros temas serán profundizados en los párrafos a continuación.

3.4.1. Transición Dúctil - Frágil

La capacidad de un material de fluir depende de la capacidad que tienen sus moléculas de acomodarse ante el esfuerzo [11]. Esta propiedad es conocida como ductilidad y como se mencionó, depende de la estructura molecular de los sólidos.

En el contexto de la selección de materiales para aplicaciones criogénicas hay un fenómeno que llama particularmente la atención. Esta es la llamada transición “Dúctil - Frágil”, la que consiste en que un material que es dúctil a temperatura ambiente, luego de disminuir la temperatura al rango criogénico, se comporta como un material frágil. Es decir, el material no se deforma elástica ni plásticamente, sino que se fractura luego de sobrepasar un determinado esfuerzo. Este fenómeno afecta a casi todos los polímeros⁷ y a metales de una determinada estructura cristalina.

Los metales pueden ser categorizados según su estructura cristalina principalmente en tres grupos⁸. Los F.C.C. (Face Centered Cubic), BCC (Body Centered Cubic) y los HCP (Hexagonal Closed Packed). Si bien, no se puede generalizar al respecto, existe una estrecha correlación de que a bajas temperaturas los metales con una estructura cristalina F.C.C. siguen comportándose

⁶“Body Centered Cubic” o Cúbica Centrada en el Cuerpo.

⁷Este fenómeno afecta a todos los polímeros exceptuando al PTFE (Teflón) el cual aun puede deformarse plásticamente a 4K [11].

⁸Existen otros tipos de estructuras cristalinas.

se como materiales dúctiles. Por otra parte, también existe la correlación que los metales con estructura cristalina B.C.C. sufren una transición dúctil - frágil al disminuir la temperatura. En cuanto a los metales con estructura cristalina H.C.P., se puede decir que tiene un comportamiento intermedio entre los dos anteriores, ya que existen casos en los cuales mantiene su ductilidad a medida que la temperatura disminuye. [11][4].

Es relevante considerar este fenómeno al momento de seleccionar materiales para componentes que estarán sometidos a esfuerzos a temperaturas criogénicas. Por ejemplo, no es recomendable el uso de aceros al carbono (B.C.C.) para estanques o tuberías. Se recomienda utilizar acero inoxidable austenítico (F.C.C) para este tipo de aplicaciones.

Figura 3.11: Estructura cristalina de los metales. [11]

Al final de esta sección, se encuentra una tabla resumen que contiene información relevantes de materiales de uso frecuente en aplicaciones criogénicas.

3.4.2. Contracción / Dilatación Térmica

Hasta los equipos mas sencillos que puedan ser imaginados, están constituidos por mas de un componente. Estos componentes se relacionan físicamente entre si, y gran parte de las veces se encuentran adyacentes unos de otros. Tanto como si aumenta considerablemente la temperatura, como si esta disminuye los componentes se dilatarán o se contraerán respectivamente.

A continuación, se presenta una recopilación de notas de diseño respecto a la contracción térmica en el diseño de equipos de refrigeración criogénica.

- Para el diseño de uniones desmontables procurar utilizar el mismo material para los componentes de la unión.
- En caso de no ser factible lo anterior, diseñar la junta de tal manera que al contraerse los componentes se comprima la junta en vez de soltarse.
- En caso de no ser factible lo anterior, se pueden utilizar golillas de Invar⁹ y pernos de acero inoxidable, por ejemplo. Esto mantendrá la junta firme debido a la mínima contracción térmica que sufre el Invar.
- Considerar en el diseño de elementos estructurales y conexiones eléctricas la contracción de los componentes. El no hacerlo, podría provocar una falla catastrófica por estrés debido a la deformación provocado por el cambio de temperatura.

Figura 3.12: Arreglo de junta utilizando una golilla de Invar. [12]

La dimensión "X" que se muestra en la figura 3.12, se calcula considerando la contracción térmica de todos los componentes de la junta, asegurando de

⁹Material con una muy baja contracción térmica.

esta manera que la junta no se afloje.¹⁰

A modo de referencia, el cuadro 3.1 muestra un listado de distintos materiales con su respectiva contracción térmica.

Material	$\Delta L/L(300 - 100K)$	$\Delta L/L(100 - 4K)$
Acero Inoxidable	296×10^{-5}	35×10^{-5}
Cobre	326×10^{-5}	44×10^{-5}
Aluminio	415×10^{-5}	47×10^{-5}
Invar	40×10^{-5}	-
Bronce	340×10^{-5}	57×10^{-5}
Epoxy/Fibra de vidrio	279×10^{-5}	47×10^{-5}
Titanio	134×10^{-5}	17×10^{-5}

Cuadro 3.1: Contracción térmica para materiales de uso común en criogenia. [12]

La figura 3.13 entrega una comparación de la contracción térmica en distintos materiales para aplicaciones criogénicas.

¹⁰El cálculo se encuentra en la página 33 de [12].

Figura 3.13: Contracción/Dilatación térmica de algunos materiales de uso común en criogenia. [4]

3.4.3. Conductividad Térmica

La conductividad térmica de materiales para aplicaciones criogénicas también sufre una variación considerable respecto a la variación de la temperatura. En la sección de aislación criogénica se comenta un método de cálculo sencillo que considera la variación de esta propiedad respecto a la temperatura.

Es interesante notar que al descender la temperatura de los 77K se observa una disminución notoria de la magnitud de esta propiedad. En varios textos

[4][11] se comenta que este fenómeno ocurre porque en este rango de temperaturas las impurezas que contiene el material pasan a tener un rol dominante sobre este fenómeno.

En la parte superior del gráfico se puede observar que el cobre de alta pureza es el material ideal para una elevada conducción térmica, este material es utilizado principalmente para conducir calor hacia la muestra cuando se requiere una alta tasa de remoción de calor. Por otra parte, materiales como el acero inoxidable y la fibra de vidrio son utilizados como materiales aislantes o de soporte en diversas aplicaciones criogénicas.

Figura 3.14: Conductividad térmica de algunos materiales de uso común en criogenia. [4]

3.4.4. Calor Específico

En general, el calor específico de los materiales desciende a medida que la temperatura disminuye. Esto tiene dos implicancias en los equipos criogénicos [12]. La primera, a una tasa de refrigeración constante se observa una disminución del tiempo de enfriamiento de los componentes del criostato, sobre todo a temperaturas inferiores a los 77K donde se observa una disminución del orden de T^3 [4]. Y segundo, es que a temperaturas criogénicas una fuente térmica puede tener grandes implicancias en la temperatura del sistema.

A continuación se presenta una gráfica con el calor específico en base volumétrica de ciertos materiales de uso común en criogenia en relación con la temperatura.¹¹

¹¹En el apéndice A6.2 de [4] se puede encontrar el calor específico en base másica en función a la temperatura.

Figura 3.15: Calor específico en base volumétrica de algunos materiales de uso común en criogenia. [4]

3.5. Técnicas de unión

El diseño de uniones o juntas para aplicaciones criogénicas son especialmente exigentes, ya que se requiere mantener la estanqueidad y seguridad de estas a temperaturas que comúnmente se sitúan por debajo de los 77 [K], donde la mayoría de los materiales que se utilizan como sellos a temperatura ambiente, no son aplicables en estos casos. Por otra parte, las soldaduras para la tecnología de vacío también requieren de un alto grado de calidad y manejo de la técnica para este tipo de aplicaciones. En general, se trabaja con cámaras que deben proveer de una operación confiable en condiciones de alto vacío

y/o temperaturas criogénicas. Los principales requerimientos para uniones en aplicaciones criogénicas son los siguientes:

- Manejo y almacenamiento de fluidos criogénicos.
- Estanqueidad de cámaras y líneas de transferencia.
- Permitir el ingreso de fluidos e instrumentación desde condiciones ambientales a cámaras criogénicas.
- Cuando se requiera, otorgar al equipo flexibilidad para realizar variaciones deseadas en experiencias de laboratorio.
- Otorgar una operación confiable que permita la repetibilidad de los ensayos.

Los elementos mas comunes que deben unirse son, por ejemplo, codos, tuberías, fittings, bridas, cilindros de pared delgada, instrumentación, elementos de seguridad, válvulas, entre otros. También se deben considerar todos los elementos adicionales para el control y la mitigación de pérdidas térmicas.

El diseño de una junta o unión, dependerá de lo que se requiera de ella. Mas allá de la factibilidad técnica, factores como la flexibilidad del equipo, facilidad en el montaje y manipulación, durabilidad y confiabilidad de la unión son factores considerables en la selección de una técnica de unión. Dentro de las alternativas disponibles se pueden mencionar la gran variedad de uniones bridadas, distintas tecnologías de soldadura, pegamentos, etcétera.

A continuación, se presenta una recopilación bibliográfica de técnicas de unión para aplicaciones criogénicas.

3.5.1. Unión Bridada

Las uniones bridadas son el método de unión no permanente mas común en el transporte y almacenamiento de fluidos en la industria. Esto mismo, tam-

bién es aplicable a experiencias de laboratorio, con algunas diferencias por supuesto. En el laboratorio se privilegia el ahorro de espacio y la facilidad de montaje y desmontaje de estas uniones.

Bridas para aplicaciones de vacío

La tecnología de vacío, entendiendo esta como todos los componentes, accesorios y conocimientos para lograr condiciones estables de Vacío, Alto Vacío o Ultra Alto Vacío¹², tiene un alto grado de madurez y por lo tanto, se encuentra ampliamente disponible comercialmente. Por este motivo, además de la aplicación directa de vacío en criogenia, es común encontrar muchos elementos propios de esta tecnología en criostatos o refrigeradores criogénicos.

A continuación se mencionan algunos tipos de bridas que son utilizados en alto-vacío y en criogenia hasta temperaturas cercanas a los 77 K. Bajo este umbral, se requiere que las propiedades de materiales de sello no sean afectadas por las bajas temperaturas.

¹²Ver figura 3.24

Figura 3.16: Seis tipos de bridas para aplicaciones de alto-vacío. [13]

Las figuras 3.16 (a) y 3.16 (b) utilizan sellos metálicos. El resto comúnmente¹³ utilizan sellos de elastómero. Esta cualidad hace factible que las bridas CF y Wire Seal puedan operar a temperaturas criogénicas. El resto de las bridas que se encuentran en la figura deben modificar (si es que es posible) el material de sello para poder operar a menores temperaturas.

¹³En algunos casos estos sellos pueden ser remplazados por sellos metálicos.

Figura 3.17: Detalle de junta bridada CF. [14]

Figura 3.18: Detalle de junta bridada ISO K. [14]

Figura 3.19: Detalle de junta bridada ISO KF. [14]

Las figuras 3.17, 3.18 y 3.19 exponen con mas detalle los componentes de cada una de las juntas. La unión CF es utilizada en aplicaciones de alto vacío y al tener material de sello metálico también es posible utilizarlo para aplicaciones en las cuales esté expuesto a temperaturas criogénicas. En lo que respecta a las uniones ISO K y KF, el material de sello es un elastómero lo cual no lo hace una alternativa viable para aplicaciones a temperaturas criogénicas. Este tipo de juntas otorga una gran flexibilidad al equipo y permite el fácil montaje y desmontaje de componentes. Es importante notar, en el diseño de estos equipos, que no todas las juntas están sometidas a las mismas condiciones de presión y temperaturas, por lo cual, para el montaje de elementos sobre la cámara externa de los criostatos, este tipo de juntas son ideales.

Unión bridada con junta tórica de Indio

En general, en el diseño de un equipo criogénico, se recomienda evitar los sellos para condiciones de crio-vacío. A veces los sellos comerciales no tienen la forma adecuada, son muy grandes o no son realmente adaptables a las aplicaciones de determinados criostatos. En este caso, los “Indium O-rings

compression seals”¹⁴son una alternativa adecuada. [4].

Esta unión está compuesta por dos bridas de geometría especial que alojan un anillo de Indio¹⁵, este material se deforma plásticamente ante un bajo esfuerzo, lo que permite que se adapte a la superficie. Este técnica es ampliamente utilizada en cámaras que operen bajo los 77 [K], ya sea para el almacenamiento de un fluido o en atmósfera de vacío.

Lo particular de esta aplicación, es que el material de sello (Indio) se adquiere en formato de alambre. Por lo que una correcta aplicación depende de la experiencia y buen trabajo del personal técnico. De todas formas, existen tutoriales disponibles en la web.

Figura 3.20: Configuración de junta con “Indium O-ring”. [4]

En la figura 3.20 se puede apreciar algunas alternativas para el diseño de este tipo de juntas. La figura del centro y de la derecha corresponden a soluciones empleadas cuando se requiere montar y desmontar con relativa frecuencia la unión. En tanto la figura de la izquierda, es preferida por su simplicidad y cuando no se requiere desmontar tan frecuentemente la unión.

¹⁴Es mas común encontrar proveedores por su nombre en inglés.

¹⁵Usualmente de 1 [mm] de diámetro. [4]

Unión Fitting VCR

Cuando se requiere de una línea de vacío o del transporte de fluido a un bajo caudal es muy recomendable utilizar uniones VCR. Este tipo de configuración modular, flexible y confiable.

Figura 3.21: Configuración típica de junta VCR. [15]

Notas de diseño

1. Considerar que el fenómeno de contracción térmica de los materiales no afloje la unión, se recomienda el uso de materiales con la misma conductividad térmica. Otra alternativa es construir una configuración tal que la unión de comprima. Una solución sencilla para esto es utilizar golillas de INVVAR y pernos de acero inoxidable. [4]
2. Para uniones que utilicen pernos de acero inoxidable sobre partes de acero inoxidable es común que estos se “agripen”, por lo que se recomienda utilizar pernos recubiertos en plata o níquel, o bien rociar con lubricante seco de MoS_2 o WSe_2 [4].
3. También se recomiendan las perforaciones pasantes en bridas, en vez

de agujeros roscados. Esto nos asegura que la brida tendrá una vida útil mayor, se reduce el riesgo de que un perno se corte dentro de la brida y también si se utilizan golillas en ambos lados de la unión apernada permite un ajuste adecuado con la llave de torque sin dañar la superficie de la brida [4].

3.5.2. Unión soldada

Las uniones mediante soldadura corresponden al grupo de tecnologías que permiten la unión de materiales metálicos. El método a utilizar dependerá principalmente de los materiales a unir, su punto de fusión, tolerancias dimensionales y de forma de la unión, y por supuesto, de su aplicación final. A continuación, se presenta un resumen bibliográfico de los métodos de soldadura más utilizados en aplicaciones criogénicas.

Soldadura TIG

La soldadura TIG o “Tungsten Inert Gas” forma parte de un amplio grupo de tecnologías de soldadura al arco. Es uno de los métodos más utilizados en la unión de componentes para aplicaciones criogénicas y de vacío gracias a las ventajas que tiene para este tipo de aplicaciones respecto a otros métodos de soldadura al arco.

En primer lugar, funciona muy bien con materiales que son ampliamente utilizados en criogenia, como el acero inoxidable austenítico. También, tiene un aporte de calor moderado en comparación con otras técnicas de soldadura al arco¹⁶, lo que implica una menor deformación de los componentes al soldar. Por otra parte, es un método flexible y relativamente económico en comparación con la soldadura por haz de electrones, soldadura láser y la soldadura por fricción. Con las consideraciones adecuadas, es el método más idóneo

¹⁶Como el método MIG y la soldadura al arco con electrodo.

para unir componentes que estarán expuestos a condiciones de Alto-Vacío o Ultra-Alto-Vacío.

En la figura 3.22 se pueden observar recomendaciones de diseño de uniones soldadas para aplicaciones de Ultra-Alto-Vacío, el objetivo de esto es evitar atrapar gas o polvo entre los cordones de soldadura. El no tomar en cuenta estas recomendaciones puede generar “Fugas Virtuales” en el equipo, ya que a medida que desciende la presión estos gases atrapados salen lentamente desde donde están atrapados. Esto genera una ralentización del proceso para alcanzar la presión de trabajo.

Figura 3.22: Recomendaciones para aplicación de soldadura TIG para aplicaciones de Alto-Vacío. [4]

Soldadura Fuerte o “Brazing”

Este método consiste en la unión de dos partes metálicas mediante la fundición de un material de aporte. La temperatura de este material se debe encontrar por debajo de la temperatura de fusión de las partes a unir. Este método es apropiado cuando se requiere evitar la distorsión térmica producida por el aporte puntual de calor, cuando se requiere la unión de materiales disimiles y cuando se desea un buen acabado sin la necesidad de un post-proceso.

Esta técnica permite uniones para aplicaciones de Ultra-Alto Vacío y/o criogénicas. Dentro de las desventajas, es que para lograr una unión de alta calidad se requiere realizar el proceso en un horno de vacío¹⁷ o en su defecto, en un horno con gas (Argón o Hidrógeno, dependiendo de la aplicación).

Figura 3.23: Ejemplo de aplicación de unión con técnica de Soldadura Fuerte. [16]

En la figura 3.23 se puede apreciar un artefacto en el cual se han unido componentes de cobre y acero inoxidable mediante el método de Soldadu-

¹⁷Presión de vacío = 10^{-3} [Pa], Temperatura = 1400 °C [4]

ra Fuerte. Cabe destacar, que este método de unión es el mas idóneo para esta aplicación de acuerdo a las virtudes mencionadas en el primer párrafo. Además, esta imagen permite darse una idea de el tipo de componentes que pueden ser diseñados para experiencias de laboratorio en criogenia y Alto Vacío.

Soldadura Suave o “Soldering”

Las soldaduras bajo los 450°C son catalogadas como Soldaduras Suaves y sobre esta temperatura Soldadura Fuerte. Esta técnica es ampliamente utilizada en la unión de componentes electrónicos y es el método mas sencillo de soldadura. Esta técnica no es apropiada para uniones de Ultra-Alto Vacío¹⁸, sin embargo funciona bien para aplicaciones de vacío en experiencias criogénicas.

Este método es preferible cuando se requiere: la unión de componentes de materiales disimiles, unión de componentes pequeños, evitar distorsión de componentes por la aplicación localizada calor, económico y sencillo.

3.5.3. Otros métodos de unión

Unión con Adhesivos Epoxi

Este tipo de adhesivos es ampliamente utilizado para la unión de piezas a temperatura ambiente. También puede ser utilizado en aplicaciones criogénicas pero se debe tener en consideración lo siguiente:

Los adhesivos epoxi tienen una alta contracción térmica y además, es un material frágil a temperaturas criogénicas. Lo anterior, puede provocar una falla ante el estrés térmico al descender de temperatura ambiente a temperaturas criogénicas.

¹⁸Esto se debe a que estos componentes deben pasar por un proceso de degasificación, el cual es llevado a cabo a temperaturas superiores a los 450°C. [4]

Para mejorar la integridad de la unión se recomienda desengrasar, rayar y/o lijar las superficies a unir [4]. Por otra parte, también hay disponibles algunos adhesivos epoxi que son mas recomendable para este tipo de aplicaciones debido a que tienen una menor contracción térmica. A continuación, se mencionan algunas opciones disponibles¹⁹:

- Araldite Type 1.
- Eccobond 2.
- Scotch-Weld DP-460.
- Silver-Based Epoxy.
- Stycast 1266.
- Stycast 2850 FT.

Unión con cintas y adhesivos

A continuación se presenta un listado de cintas y adhesivos que funcionan bien a temperaturas criogénicas²⁰.

Cintas

- Fiberglass electrical tape.
- Kapton tape.
- Masking tape.
- Mylar electrical tape.
- Teflon pipe-thread tape.

¹⁹Esta información ha sido recopilada del apéndice A3.10 de [4]

²⁰Esta información ha sido recopilada del apéndice A3.10 de [4]

Adhesivos

- Bostik multibond glue.
- Duco household cement.
- IMI 7031 varnish.
- Loctite.
- White Shellac.

3.6. Técnicas de aislación térmica

En el diseño de criostatos o sistemas de refrigeración criogénica, la selección y dimensionamiento de una adecuada aislación térmica es uno de los puntos principales del desarrollo. El realizar un buen trabajo en esta área, dotará al equipo de un funcionamiento económico, confiable y seguro. A continuación, se expone una breve reseña de los métodos de aislación disponibles para equipos criogénicos de laboratorio.

3.6.1. Alto Vacío

La aislación térmica con Alto Vacío consiste en la aislación de un recipiente contenedor de fluido criogénico, el cual se encuentra inserto en una cámara que es evacuada hasta alcanzar presiones del Alto Vacío. Este método restringe considerablemente la transferencia de calor mediante convección y conducción residual de gases.

En la figura 3.24 se puede observar distintos rangos de aplicación de tecnología de vacío para distintas aplicaciones. Las aplicaciones de aislación mediante Alto Vacío se encuentran por debajo de los $10^{-4}[Pa]$ o $10^{-6}[Torr]$

Figura 3.24: Requerimientos de vacío para diversas aplicaciones. [4]

Figura 3.25: Ejemplo de aplicación de técnica de Alto Vacío. [11]

Esta técnica de aislación puede ser aplicada como se observa en la Figura 3.25 o bien, en conjunto con una técnica de aislación radiativa de alta efectividad²¹. Esto depende de los requerimientos térmicos del equipo, los cuales estarán influenciados por la experiencia a realizar y el fluido criogénico que será utilizado.

3.6.2. Aislación Porosa Evacuada

Este método consiste en la aislación de una cámara utilizando una chaqueta evacuada (presión de vacío) llena de un polvo o material de un tamaño de partícula pequeño de baja conductividad térmica. La presión de vacío para

²¹“Multilayer Insulation”

esta aplicación es considerablemente menor 10^{-1} [Pa] a la requerida para la aislación de Alto Vacío 10^{-4} [Pa]. [11]. Este método de mitiga la transferencia de calor mediante radiación, convección y conducción residual entre gases.

Algunos de los materiales disponibles para esta aplicación son[11]:

- Sílice Aerogel
- Sílice
- Perlita expandida
- Alúmina
- Tierra de diatomeas
- Vermiculita expandida
- Talco
- Carbón
- Silicato de calcio
- Dioxido de titanio
- Oxido de hierro

La mayoría de estos materiales pueden absorber una gran cantidad de humedad, por lo que deben ser secados antes de utilizarse. Por otra parte, se requiere de filtros para que estas partículas abrasivas no ingresen a las bombas de vacío. [11]

3.6.3. Aislación Porosa No-Evacuada

Esta técnica consiste en utilizar una chaqueta aislante, la cual en su interior posee partículas de pequeño tamaño de un material aislante y un gas de llenado, el cual puede ser aire u otro gas, dependiendo de la aplicación. En general, este método es empleado a temperaturas por sobre la temperatura del LN2, esto debido a que se desea evitar la condensación de los gases de llenado. En cuanto a los materiales utilizados, son los mismos que los mencionados en la sección anterior, materiales particulados de baja conductividad térmica.

La principal virtud de este tipo de aislación es que no requiere condiciones de vacío y por lo tanto, es mas económica y mas liviana que cualquier tecnología de vacío. [11]

Figura 3.26: Perlita expandida para aislación criogénica. [17]

3.6.4. Espumas Sólidas

Estas espumas generalmente son fabricadas en los siguientes materiales:

- Poliéster

- Poliuretano
- Goma
- Silicona
- Otros

Una de las aplicaciones mas comunes es dejando un vacío en el centro de un cilindro, para usarlo como contenedor aislante de fluidos criogénicos, como se muestra en la figura 3.27. Esta técnica es ideal para este tipo de aplicaciones.

Ahora bien, si se desea utilizar como chaquetas de aislación para tuberías de mayor envergadura se debe tener en consideración que estos materiales tienen un coeficiente de contracción térmica de entre 4 a 10 veces mayor que la del acero [11]. Por lo tanto, el diseño de estas aplicaciones debe considerar estas diferencias de contracción entre materiales.

Se debe tener en cuenta que la aislación mediante espumas solidas tienen una conductividad considerablemente mayor que los otros métodos descritos.

Figura 3.27: Ejemplo de aplicación de espuma de Poliéster. [11]

3.6.5. Multilayer Insulation

La “Multilayer Insulation” (MLI) está compuesta por capas de láminas altamente reflectantes y separadores de material aislante, en un ambiente de Alto Vacío. De esta forma, esta técnica reduce la radiación, la conducción a través de los sólidos y conducción a través de gases.

Algunas configuraciones de MLI han resultado ser los métodos de aislación térmica mas efectivos conocidos.

Figura 3.28: Ejemplo de aplicación MLI. [7]

Cabe destacar que la aplicación de este método solo tiene sentido en una atmósfera de Alto Vacío. Es comúnmente utilizado para aislar líneas de transferencia y criostatos de LHe.

3.6.6. Conductividad Térmica Aparente

Debido a que el calor fluye a través de la aislación mediante la acción simultánea de los mecanismos de transferencia de calor, y estos interactúan unos con otros, es muy complejo obtener una solución analítica para este fenómeno. Para poder comparar los distintos métodos de aislación, comúnmente se utiliza una conductividad térmica aparente, la cual se mide experimentalmente en un régimen estacionario de transferencia de calor. Luego este resultado es comparado con la ley de conducción de calor de Fourier, y así se obtiene la conductividad térmica aparente. [11].

Como se mencionó este método es de gran utilizada para comparar la efectividad de determinadas técnicas de aislación, en relación a un determinado largo y área de transferencia. Se puede encontrar mucha información al respecto en los textos [11] y [4].

3.7. Transporte de fluidos criogénicos

El transporte o transferencia del fluido criogénico desde su recipiente al criostato de laboratorio, si bien es una tarea sencilla requiere de cierto manejo y conocimientos.

En general, en escala de laboratorio, las líneas cortas no presentan problemas de excesivas pérdidas por evaporación o caída de presión, debido a lo corto de la líneas. Sin embargo, incluso a esta escala, la transferencia de Helio requiere especial atención para evitar este tipo de inconvenientes [11].

Como bien se menciona en el texto “Cryogenic Engineering” [11], este es un tópico que no requiere de mucho análisis, si no mas bien de tener la experiencia e instrumentos adecuados para este fin. Para facilitar la descripción de las tecnologías disponibles, primero se analizará el transporte de Nitrógeno

y luego el del Helio en experiencias de laboratorio. Estos fluidos son los mas utilizados para este tipo de experiencias.

Los métodos que se describirán a continuación, tiene como función principal transferir el fluido criogénico almacenado en un Dewar de almacenamiento a el criostato donde se está realizando la experiencia. Esto considera que el largo de las líneas de transferencia no tendrán un largo superior a 10 [m].

3.7.1. Transporte de LN2

El principio básico de transporte para esta aplicación es la diferencia de presión que tiene el Dewar de alimentación respecto al criostato. Es común encontrar Dewar auto presurizados, por lo que la acción de transporte constaría de abrir la válvula de suministro. En cambio, si no se dispone de un recipiente auto presurizado, se deberá presurizar el Dewar de alimentación con N2 gaseoso. En la figura 3.29 se puede apreciar la ficha técnica de un Dewar de almacenamiento de LN2 auto presurizado.

Como se comentó, debido a su alto calor latente ($161 \left[\frac{J}{mL} \right]$) [4], la transferencia de LN2 no requiere de mayores cuidados. Una alternativa ideal para este propósito, es el uso de líneas de transferencia flexibles no aisladas de acero inoxidable. Este material no se fragiliza a bajas temperaturas y al ser flexible permite ajustar la posición de los equipos en el laboratorio sin mayores dificultades. En la figura 3.30 se puede apreciar una manguera para el transporte de LN2 en conjunto con la descripción de su fabricante.

CL 50/CLPB 50 LN₂, LOX, LARG Container

- Ideal for conventional straight liquid dispensing
- Sizes range from 15 L to 500 L
- Convenient fill/withdrawal valve
- Vent valve with full tricock prevents overfilling
- Pressure gauge and relief devices for safety
- Reliable, easy-to-read differential pressure-type liquid level gauge
- Casters for easy mobility
- CLPB series adds a self-pressurizing system for convenience and transfer efficiency
- CLPB series feature adjustable regulator to maintain 10–25 PSI
- Both series can be customized to fit your specific needs

View Another Size?

- [15 L](#)
- [25 L](#)
- [80 L](#)
- [110 L](#)
- [160 L](#)
- [240 L](#)
- [500 L](#)

	CL	CLPB
Net Liter Capacity	50 L	50 L
Gross Liter Capacity	55 L	55 L
Outside Diameter	18"	18"
Height	36"	36"
Empty Weight	87 lbs	90 lbs
Weight Full LN ₂	179 lbs	182 lbs
Weight Full LOX	216 lbs	219 lbs
Weight Full LARG	240 lbs	243 lbs
N.E.R. (Normal Evaporation Rate)	1.2 L/day	1.5 L/day
M.A.W.P. (Maximum Allowable Working Pressure)	25 PSI	25 PSI
Regulator Setting	N/A	20
Secondary Relief	100 PSI	100 PSI
Caster Size	3"	3"
Level Gauge	Yes	Yes
Liquid Flow@22 PSI	— TBD —	
Liquid Fitting	—CGA 295 1/2" 45° MaleFlare—	
Vent Fitting	—3/8" NPT—	
Material of Construction	—304 Grade Stainless Steel—	

Available Options:

Symbol	Description
V-1	Liquid Fill/Withdrawal
V-2	Fill/Withdrawal Valve
V-3	Pressure Building
V-4	Vent Valve
RD-1	Rupture Disk
RV-1	Relief Device
Pg-1	Pressure Gauge
LG-1	Liquid Level Building
PCV-1	Pressure Building Regulator
PBC-1	Pressure Building Coil

- Removable Manifold
- Gravity Feed Port
- Electric Pressure Builder
- Dedicated Solenoid Port
- Top Vertical Withdrawal
- Additional Fill or Withdrawal Port
- Outboard Wheel Casters
- Pedal Locking Casters
- Wing Nut Locking Casters

sales@cryofab.com | 1-800-426-2186

Figura 3.29: Ficha técnica Dewar almacenamiento y suministro LN₂ auto pre-surizado. [18]

CFUL Series – Uninsulated Stainless Steel Flexible Transfer Lines

This is most commonly used with LN₂, LOX, and LARG when dispensing from portable liquid storage cylinders. It can withstand medium pressure applications, being constructed of all stainless steel with a braided outer cover. This is the simplest of all non-jacketed transfer lines.

USES

- All liquid cryogenics
- Liquid cylinder filling
- Mini-bulk transfilling
- Home care oxygen transfill
- Helium cold-head compressor supply and return lines
- LNG fuel filling

FEATURES

- Uninsulated
- Stainless Steel braided and welded exterior
- Flexible Line
- Virtually any size and fitting options available
- Customizable to suit customer's application
- LOX fill hoses are prepped and cleaned to CGA-4.1-2009

Figura 3.30: Manguera flexible no aislada de acero inoxidable para el transporte de LN₂. [18]

3.7.2. Transporte de LHe

El transporte de LHe resulta bastante más complejo que el de LN₂ debido a que su calor latente es aproximadamente 60 veces menor ($2.6 \left[\frac{J}{mL} \right]$) [4]. Esto implica que el LHe se vaporiza ante un pequeño aporte de calor. Para conservar la fase líquida se requiere del uso de mangueras con aislación al vacío para su transporte.

En la figura 3.31 se observa un esquema típico de alimentación de LHe para laboratorio. Aquí se pueden destacar los siguientes elementos:

En primer lugar, el Dewar de almacenamiento con su “Manifold” de descarga. Este Dewar corresponde a uno del tipo de almacenamiento/transporte los cuales se encuentran ampliamente disponibles comercialmente.

A la salida del Dewar se observa también un tipo de balón o como se indica en la figura: “Bladder”. Este dispositivo tiene la función de permitir aumentar la presión dentro del tanque con una gran sensibilidad para el operario. Este

dispositivo se llena con He gaseoso a una temperatura mayor que la del LHe y al comprimir el “Bladder” se ingresa esta masa de aire “caliente” al recipiente, lo que tiene como consecuencia, debido a su bajo calor latente, la evaporación de una porción de LHe, lo que finalmente se traduce en un aumento de la presión del recipiente, regulando así el flujo de transferencia de LHe.

Siguiendo el recorrido del LHe, se encuentra la manguera de transferencia aislada al vacío con sus respectivos elementos de conexión. La que finalmente se conecta una tubería de recepción que debe dar (siempre que sea posible) a la parte mas baja del criostato. Esto se debe a la importancia que tiene que los gases fríos de He estén en contacto con todos los elementos que se requieran enfriar.

Figura 3.31: Esquema típico para el transporte de LHe en laboratorio. [19]

Capítulo 4

Caso de estudio

La motivación de entrar al mundo de la criogenia y sus aplicaciones son consecuencia de un acuerdo de colaboración entre el Centro Científico y Tecnológico de Valparaíso (CCTVal) y el Thomas Jefferson National Accelerator Laboratory (JLAB). En el contexto del estudio de la Física Teórica de Partículas y la Física Experimental de Alta Energía el JLAB se encuentra desarrollando experiencias en un acelerador de partículas denominado: “Continuous Electron Beam Accelerator Facility”(Instalación continua de un haz de electrones acelerado). Dentro del acuerdo de colaboración existe el proyecto denominado “Nuclear Spin-Polarized Target Technology Development”¹.

El objetivo general de esta colaboración es generar una contribución científica-tecnológica importante en el contexto del uso de un blanco polarizado de amoníaco para la Física Experimental de Alta Energía, lo que aplica en obtener un blanco sólido en el que se logre mantener un campo de temperaturas homogéneo durante el transcurso del experimento llevado a cabo en el JLAB, puesto que a menor temperatura, disminuye la energía interna de las partículas favoreciendo la polarización de estas. Para lo anterior Bunout [20] ha establecido 2 estrategias de trabajo complementarias, las cuales se describen a

¹Desarrollo tecnológico para un blanco polarizado.

continuación:

1. Diseño de un blanco de amoníaco cuya geometría actúe como intercambiador de calor, de modo de optimizar la transferencia de calor entre el blanco sólido y el líquido refrigerante utilizado para la muestra. [20]
2. Controlar la estructura cristalina del sólido de amoníaco, con el objeto de mejorar las propiedades térmicas del cristal que intervienen en la transferencia de calor. [20]

A continuación, se procede a describir el equipo de refrigeración criogénica desarrollado por el CCTVal para cumplir con los objetivos planteados por Bunout [20].

4.1. Criostato CCTVal

Como se muestra en la figura a continuación, el criostato posee 4 cuerpos principales. Desde el interior hacia el exterior se puede mencionar en primer lugar, la probeta porta muestras, luego la cámara interna, cámara intermedia y cámara externa. La función de las cámaras es proveer al equipo de condiciones de operación independientes entre cada una de ellas según se requiera. En cuanto a la función de la probeta porta-muestras, esta corresponde a permitir el ingreso y egreso de gases hacia y desde el criostato.

Figura 4.1: Componentes principales de Criostato CCTVal. [21]

Al profundizar en la descripción de los componentes, se puede mencionar los sellos y conexiones que poseen las cámaras. También se debe destacar la presencia de ventanas de acceso auxiliares con sus respectivos sellos y bridas, sobre los cuales se puede montar instrumentación y/o ventanas de inspección.

Figura 4.2: Detalle componentes principales Criostato CCTVal. [21]

Bunout [21] detalla la operación del equipo en dos posibles modalidades.

La que se muestra a continuación consiste en la generación de un cristal de amoníaco a través de la refrigeración de la cámara fría por medio de un elemento conductor², el cual favorece la transferencia de calor desde la cámara fría hacia un sumidero térmico que en este caso corresponde a un reservorio de un refrigerante líquido. No se hace referencia a que refrigerante corresponde, sin embargo, es muy probable que este sea nitrógeno líquido (ya que el Departamento de Física de la UTFSM³ cuenta un sistema de licuefacción de este fluido criogénico). También existe la posibilidad, debido a los objetivos del proyecto, que este fluido refrigerante corresponda a Helio en estado líquido. Esta suposición requiere el estudio de su factibilidad técnica.

La función de la cámara externa e interna corresponde a la mitigación de la transferencia de calor a través de convección y conducción. Se utiliza tecnología de vacío para este propósito. En cuanto a la cámara intermedia, esta cumple la función de reservorio del fluido criogénico.

Bunout [21] explica que esta configuración permite un mayor control del proceso de enfriamiento del cristal de amoníaco. Esto se debe -explica- a que la transferencia solo se lleva a cabo por el Dedo Frío y que la Cámara Fría se encuentra en un entorno de vacío lo que mitiga la transferencia de calor por conducción y convección al ambiente de esta.

²Cold finger o Dedo Frío.

³Universidad Técnica Federico Santa María, Casa Central.

Figura 4.3: Primera configuración de operación de Criostato. [21]

La modalidad expuesta en la siguiente figura considera el uso de dos fluidos refrigerantes. En esta modalidad también se genera un cristal de amoníaco a través de la refrigeración de la cámara fría. En este caso, la refrigeración de esta se lleva a cabo a través del Dedo Frío, como también por el paso de los vapores criogénicos en su periferia. El refrigerante primario o el que se encuentra en contacto con el Dedo y la cámara fría corresponde al fluido criogénico capaz de alcanzar una menor temperatura en estado líquido. Si bien, en esta oportunidad tampoco se menciona cuales serían estos fluidos criogénicos se puede asumir que corresponden a Helio en su fase líquido para el refrigerante primario y Nitrógeno líquido para el refrigerante secundario o auxiliar.

En cuanto a las funciones de los componentes, Bunout [21] explica que la

función del refrigerante secundario es mitigar la transferencia de calor por radiación que afecta al refrigerante primario. Por tanto, la cámara exterior cumple la función de reservorio de este fluido. La cámara intermedia, que se encuentra en condición de vacío, mitiga la transferencia de calor por convección y conducción entre la cámara interior y exterior. La cámara interior desempeña la función de reservorio para el refrigerante primario.

Como explica el autor de estos esquemas, esta configuración permite el uso de un refrigerante que alcance una temperatura menor, sacrificando, de cierta forma el control del proceso de refrigeración.

Figura 4.4: Segunda configuración de operación de Criostato. [21]

4.2. Resumen de antecedentes para análisis de caso de estudio

4.2.1. Requerimientos del encargo

A partir de la información recopilada, se puede desprender que los requerimientos principales del criostato CCTVal son los siguientes:

ID	Requerimientos Criostato CCTVal	Tipo de requerimiento
1	Uso de LN2 como refrigerante.	Deseable
2	Modificación de geometría de cristal de amoníaco para su estudio.	Obligatorio
3	Control de tasa de enfriamiento del proceso de cristalización.	Obligatorio
4	Posibilidad de realizar pruebas futuras a menores temperaturas (<4K).	Deseable

Cuadro 4.1: Requerimientos principales criostato CCTVal

Los requerimientos pueden ser categorizados como deseables u obligatorios⁴, esto permite comprender de mejor manera su relevancia en el proyecto. Un requerimiento deseable debe ser cumplido siempre que sea posible o que su implementación lo amerite. En este caso en particular, el uso de LN2 como refrigerante es un requerimiento deseable, ya que la UTFSM cuenta con una planta de producción de LN2 y su uso podría reducir los costos de inversión de este proyecto⁵. En cuanto a los requerimientos obligatorios que aquí se enuncian, estos corresponden a los objetivos principales del proyecto, esto implica que bajo cualquier circunstancia deben ser cumplidos.

⁴Denominados como Wishes and Demands en la MDS [1].

⁵Esto amerita una comparación técnica y económica con otras alternativas.

4.3. Revisión del caso de estudio con la ayuda de herramientas de la MDS

4.3.1. Sistema de refrigeración criogénica

Análisis de sistema de refrigeración de caso de estudio

El método de refrigeración utilizado para la generación de un cristal de amoníaco en el criostato CCTVal, se puede describir como un criostato de inmersión de refrigeración indirecta. Criostato de inmersión debido a que la refrigeración se lleva a cabo al sumergir la muestra en un baño de fluido criogénico líquido, y como la refrigeración no se efectúa directamente sobre el amoníaco, se puede decir que es de tipo indirecta.

Ahora bien, utilizando el catalogo de diseño de refrigeración criogénica se puede caracterizar este método de refrigeración de acuerdo a los siguientes atributos:

- Requiere de disponibilidad de fluidos criogénicos.
- Alta potencia de enfriamiento
- Para su operación requiere de la alimentación de fluido criogénico desde un Dewar de almacenamiento.
- Es factible instalar fuentes térmicas en la muestra.
- Morfología de la muestra: Gran variedad. .
- No induce vibraciones al sistema.
- No genera ruidos molestos.
- Temperatura mínima de operación: < 4K (He3).

- Rango de temperatura de operación: Restringido a temperatura de saturación de fluido refrigerante.
- Resolución de control de temperatura: ± 2 K
- Montaje de la muestra: Sumergida.
- Costo: Inversión inicial moderada. Considerar costos de operación.
- Disponibilidad comercial: A pedido.

A continuación, se someterá a análisis la elección de un sistema de refrigeración por inmersión en el caso de estudio. Este sistema es el mas general de los que serán analizados mas tarde, también esta elección determina el resto de los sistemas. Por lo tanto, su evaluación escapa de una reseña técnica sobre los materiales empleados o sobre la tecnología utilizada, si no mas bien el análisis y evaluación de este sistema esta basado en si acaso esta definición fue una decisión acertada en cuanto a los objetivos del proyecto y por tanto, de los requerimientos principales que definen este equipo.

Como se mencionó, el seleccionar este método de refrigeración define gran parte de los sistemas del equipo. Por lo tanto, esta definición inicia y da las bases para el diseño conceptual del equipo. Y he aquí un hito importante en el proceso de diseño [1][2], como lo mencionan los autores citados, el hecho de no otorgar el tiempo necesario para poder tomar una decisión acertada puede causar que el resultado final del proceso de diseño no sea el esperado. Por muy bien que se resuelva el diseño de detalle, existen grandes posibilidades de que una definición conceptual errada no tenga vuelta atrás.

En el Cuadro 4.2 se genera el cruce de los requerimientos principales del caso de estudio con las características principales del sistema de refrigeración por inmersión extraído del catalogo de diseño generado con este propósito.

ID	1	2	3	4
	Requerimientos criostato CCTVal			
	Uso de LN2 como refrigerante	Modificación de geometría de cristal de amoniaco para su estudio.	Control de tasa de enfriamiento para el estudio de su influencia en propiedades de transporte en cristal de amoniaco	Posibilidad de realizar pruebas futuras a menores temperaturas (<4K)
	Características Criostato de inmersión	Obligatorio	Obligatorio	Deseable
1	Requiere de fluidos criogénicos	N/A	N/A	N/A
2	Alta potencia de enfriamiento	N/A	REQUIERE ANALISIS	N/A
3	Alimentación de fluido criogénico desde	N/A	N/A	N/A
4	Admite fuentes térmicas en la muestra	N/A	BUENO	N/A
5	Gran variedad de morfologías en la muestra	BUENO	N/A	N/A
6	No induce vibraciones al sistema	N/A	N/A	N/A
7	No produce sonidos molestos	N/A	N/A	N/A
8	Temperatura mínima de operación < 4K	N/A	N/A	BUENO
9	Rango de temperaturas restringidos a temperatura de saturación de refrigerante	N/A	REQUIERE ANALISIS	N/A
10	Resolución de temperatura ± 2 K.	N/A	REQUIERE ANALISIS	N/A
11	Muestra sumergida	N/A	REQUIERE ANALISIS	N/A

Cuadro 4.2: Cruce de requerimientos principales del caso de estudio con características principales de sistema de refrigeración por inmersión. [22]

Se puede observar en el cuadro 4.2 que todos los requerimientos principales son atendidos de buena forma con al menos una característica de este tipo de refrigeración.

- El uso de LN₂ como fluido refrigerante es atendido por la necesidad de fluidos criogénicos para este tipo de refrigeración.
- La capacidad de modificar la geometría de la muestra es atendido por la capacidad que tiene este tipo de refrigeración de poder refrigerar prácticamente cualquier geometría que pueda ser sumergida en el fluido criogénico.
- El control de la tasa de enfriamiento del cristal puede ser controlada mediante un calentador ubicado cerca de la muestra, por lo que la capacidad de admitir fuentes térmicas en la muestra lo hace una alternativa interesante.
- El poder realizar pruebas a temperaturas lo mas cercanas al 0 K son posibles en este tipo de refrigeración con el uso de He³ como fluido refrigerante.

A partir de esto, se puede concluir que la selección del sistema de refrigeración por inmersión en el caso de estudio cumple con los requerimientos esenciales del proyecto y del desarrollo del equipo. Sin embargo, siguiendo la misma lógica, hay ciertas características de los sistemas de refrigeración por inmersión que pudieran ser perjudiciales o no las mas adecuadas para el cumplimiento de algún requerimiento.

En este caso en particular, algunas características podrían dificultar la tarea de controlar la tasa de enfriamiento de la muestra. Este es el caso de la alta potencia de enfriamiento, restringido rango de temperaturas, resolución de ± 2 K, y que la muestra deba sumergirse en el fluido criogénico. Estos conflic-

tos son desarrollados como consultas que deben ser validadas o refutadas a través del cálculo o la recopilación de mas información.

- ¿Podría la alta potencia de enfriamiento de este tipo de refrigeración dificultar el control de la tasa de enfriamiento de la muestra?, ¿Se podría estar sobre estimando la potencia de refrigeración para lo que se requiere?
- ¿Es relevante en el estudio la temperatura final del cristal?
- ¿Qué tan preciso debe ser el control de la temperatura?
- ¿El hecho de sumergir la muestra puede generar dificultades en el control de la tasa de enfriamiento?

Las respuestas a estas interrogantes deben ser expresadas como nuevos requerimientos de la experiencia y este proceso de análisis puede realizarse de forma iterativa hasta que no surjan nuevas interrogantes y pueda concluirse si fue o no, una decisión adecuada.

Elaboración de propuestas para sistema de refrigeración de caso de estudio siguiendo catálogo de diseño

En la sección anterior se realizó el cruce entre las características de un sistema de refrigeración por inmersión y los requerimientos principales del equipo, y cómo éstas características satisfacen o no estos requerimientos. En esta sección, se hará el ejercicio de manera inversa, es decir, dados ciertos requerimientos principales se evaluará qué método de refrigeración los satisface de mejor manera. Debido al nivel de información disponible y al foco de este trabajo, este proceso estará centrado en buscar la o las alternativas más prometedoras para el desarrollo del criostato en función de los requerimientos.

En la Tabla 4.3 se realiza un primer filtro para la búsqueda de una solución para la refrigeración criogénica del criostato del caso de estudio. El criterio en esta oportunidad, es que si uno de los requerimientos no es cumplido, se desecha la alternativa. Esto debido a que la mayor parte de las posibles soluciones satisface los requerimientos.

Se desecha entonces, la alternativa de emplear refrigeradores criogénicos, G-M Cryocooler y Pulse Tube Cryocooler, ya que no satisfacen el requerimiento de utilizar LN₂ como refrigerante. Cabe destacar que la motivación de este requerimiento es de tipo económica y operativa, ya que se cuenta con este recurso y la adquisición de un sistema de refrigeración como los mencionados son costosos e implican una alta inversión inicial en el proyecto.

ID	Requerimientos criostato CCTVal	Resultado			
		1	2	3	4
		Uso de LN2 como refrigerante	Modificación de geometría de cristal de amoníaco para su estudio.	Control de tasa de enfriamiento para el estudio de su influencia en propiedades de transporte en cristal de amoníaco	Posibilidad de realizar pruebas futuras a menores temperaturas (<4K)
	Técnicas de refrigeración criogénicas	Deseable	Obligatorio	Obligatorio	Deseable
1	Criostato de inmersión	Si	Si	Si	Si
2	Criostato de flujo gaseoso	Si	Si	Si	Si
3	Criostato de flujo líquido	Si	Si*	Si	Si
4	G-M Cryocooler	No	Si*	Si	No
5	Pulse Tube Cryocooler	No	Si*	Si	No

*Conducción de calor a través de placa refrigerante.

Cuadro 4.3: Cruce de requerimientos principales del caso de estudio características de alternativas disponibles. [22]

ID	1	2	3
	Criostato de inmersión	Criostato de flujo GAS	Criostato de flujo LIQUIDO
	Tipo de criostato		
	Características		
1	Requiere de fluidos criogénicos	Si	
2	Potencia de enfriamiento	Alta	Media
3	Tipo de alimentación desde Dewar de almacenamiento	Batch	Continua
4	Admite fuentes térmicas en la muestra	Si	No
5	Gran variedad de morfologías en la muestra	Si	No
6	Induce vibraciones al sistema	No	
7	Produce sonidos molestos	No	
8	Temperatura mínima de operación < 4K (He3)	Si	
9	Rango de temperaturas de operación	Restringido a temperatura de saturación de fluido refrigerante	1.5@350 K 4@350 K
10	Resolución de temperatura	± 2 K	± 15 [mK] ± 2 [mK]
11	Montaje de muestra	Refrigeración sobre la muestra (directa) / Refrigeración sobre elemento conductor (indirecta)	

Cuadro 4.4: Comparación de características de criostato de inmersión, flujo gas y flujo líquido. [22]

El Cuadro 4.4 entrega una comparativa de las características de criostatos de inmersión, de flujo gaseoso, y de flujo líquido. Se puede observar que existen similitudes y diferencias entre estas tecnologías. A continuación, se discutirá punto a punto como estas características pueden ser un aporte para el cumplimiento de los requerimientos del encargo de diseño.

1. Requerimiento de fluido criogénico:

Esta característica es una similitud entre los criostatos mencionados. Este punto no es relevante en el análisis ya que no diferencia una tecnología de otra.

2. Potencia de enfriamiento:

Aquí se observa la primera diferencia. Se caracteriza con una potencia de enfriamiento alta al criostato de inmersión y con una potencia media a los de flujo. Desde este punto se puede desprender la siguiente pregunta: **¿Qué potencia de enfriamiento se requiere para formar un cristal de amoníaco en un tiempo prudente?** Este punto refleja la importancia de la experimentación y el desarrollo de cálculos o simulaciones, que entregarán la suficiente información como para tomar una decisión adecuada en este punto.

3. Tipo de alimentación:

Segunda diferencia. Tanto para el criostato de inmersión como para el flujo gaseoso se requiere una alimentación Batch, y para el criostato de flujo líquido una alimentación continua. Lo anterior implica que para los criostatos mencionados primero, se requiere un reservorio de fluido criogénico dentro de estos, en cambio para el criostato de flujo líquido esto no es necesario. **Esto abre la posibilidad de que el criostato no deba almacenar fluidos criogénicos y por tanto, los requerimientos para sellos y aislación de este, sean considerablemente menos exigentes.**

4. Fuentes térmicas:

Tercera diferencia. Este punto hace referencia a si es factible refrigerar muestras que posean fuentes térmicas, como lo son cables eléctricos por los que circula una alta corriente, u otras fuentes térmicas importantes. Los calentadores para el control de la temperatura de la muestra no entran en esta categoría. El caso de estudio no cuenta con una fuente térmica importante en la muestra, por lo que esta característica **no es un elemento diferenciador para el análisis.**

5. Morfología de la muestra:

Cuarta diferencia. Esta característica tiene que ver en cómo se realiza la transferencia de calor sobre la muestra. El criostato de flujo líquido requiere de un elemento intercambiador por el cual circula el fluido criogénico y este elemento, al estar en contacto con la muestra retira calor de esta. En cambio, en los otros dos criostatos mencionados, el fluido criogénico intercambia calor directamente sobre la muestra. Por lo anterior, el criostato de flujo líquido está restringido a geometrías de cristal en las cuales la extracción de calor mediante un elemento conductor sea factible. Ahora bien, **los criostatos de inmersión y de flujo gaseoso, pueden abrir la posibilidad de estudiar morfologías como láminas, cubos, geometrías complejas, etcétera.** Esto debe ser analizado de acuerdo a los objetivos de la investigación, y si acaso es relevante, abrir este espectro de posibilidades geométricas para el cristal de amoníaco.

6. Inducción de vibraciones a el sistema:

Similitud. No es relevante de acuerdo a los requerimientos y tampoco es un elemento diferenciador entre los criostatos mencionados.

7. Generación de sonidos molestos:

Similitud. No es relevante de acuerdo a los requerimientos y tampoco es un elemento diferenciador entre los criostatos mencionados.

8. Temperatura mínima de operación:

Similitud. Relevante para el cumplimiento de los requerimientos del equipo.

9. Rango de temperatura de operación:

Quinta diferencia. Tanto el criostato de flujo gaseoso y líquido, tienen un amplio rango de temperaturas de operación. Esto implica que permiten fijar la temperatura en el rango de los 4 - 350 K sin mayores dificultades. En cambio, el criostato de inmersión está restringido por las temperaturas de saturación de los fluidos criogénicos. Esto en el contexto de que la muestra encuentre el equilibrio térmico entre las fuentes y la refrigeración. Si el objetivo del estudio, es estudiar la factibilidad técnica de la generación de un cristal de amoníaco, un criostato de inmersión es suficiente para realizar el trabajo. En cambio, si uno de los objetivos es estudiar las propiedades del cristal a una determinada temperatura es adecuado considerar uno de los criostatos de flujo para realizar estas pruebas. **En este punto, se debe hacer una revisión a los requerimientos y objetivos del proyecto para determinar cual es la alternativa mas adecuada.**

10. Resolución de temperatura:

Sexta diferencia. Este punto no requiere de mucho análisis y la pregunta obligada es la siguiente: **¿Qué resolución se requiere en el control de la temperatura para el estudio de las propiedades del cristal de amoníaco?**

11. Montaje de muestra:

Séptima diferencia. Tal como se mencionó en el análisis de la morfología

de la muestra, esta característica hace referencia si la muestra puede ser montada bajo la acción directa del fluido refrigerante o requiere de una refrigeración indirecta mediante un elemento conductor. En cuanto a las posibilidades de cada tecnología, los tres criostatos mencionados pueden refrigerar de forma indirecta, en tanto solo el criostato de flujo gaseoso y el de inmersión pueden generar una transferencia de calor directa entre el fluido criogénico y la muestra. En el caso de estudio se requiere generar un cristal de amoníaco de alta pureza y por lo tanto, el fluido refrigerante no podría entrar en contacto con el amoníaco. Debido a lo anterior, solo queda la posibilidad de refrigerar indirectamente al amoníaco. Sin embargo, **una mayor flexibilidad en cuanto a técnicas de refrigeración y morfología de la muestra puede ser alcanzada utilizando un criostato de inmersión o de flujo gaseoso.**

El análisis realizado permite levantar preguntas importantes respecto a qué es lo que se requiere del equipo siempre con el foco de ser abrir mas posibilidades y ser un aporte al proyecto que lo contiene. Dentro de estas nuevas interrogantes se pueden resumir las siguientes:

- ¿Que potencia de enfriamiento se requiere para generar un cristal de amoníaco en un tiempo prudente?
- ¿Qué resolución se requiere en el control de la temperatura para el estudio de las propiedades del cristal de amoníaco?
- ¿Se requiere estudiar las propiedades del cristal en un amplio rango de temperaturas?
- ¿Qué geometrías de cristal son de interés en el estudio?

Sin duda, dar respuestas a estas interrogantes permitirán perfilar que tecnología es mas o menos adecuada para esta aplicación en particular.

Por otra parte, de la comparación y análisis de las tecnologías disponibles se desprende ciertas características que son interesantes desde la perspectiva de lo simple de la solución y la reducción de costos del equipo.

La selección de un criostato de flujo líquido evitaría el almacenamiento de fluidos criogénicos dentro del criostato, lo cual podría disminuir el número de cámaras de aislación y se podría utilizar una tecnología de sellos aptos para temperatura ambiente. Por otra parte, de no requerir la refrigeración de geometrías complejas, se podría privilegiar el control de la temperatura que otorgan los criostatos de flujo. Esto podría evitar futuros problemas en la implementación del control de la tasa de enfriamiento y la temperatura en la muestra.

Luego de este recorrido por el catálogo de diseño de tecnologías de refrigeración disponibles y el análisis realizado, se puede concluir que es interesante analizar la factibilidad del desarrollo del equipo del caso de estudio con un criostato de flujo (gas o líquido). Como se mencionó, permitiría fijar la temperatura final del cristal, controlar con más precisión la temperatura, controlar más fácilmente la tasa de enfriamiento, y en el caso del criostato de flujo líquido, se podría prescindir de cámaras de aislación y sellos criogénicos, lo que implicaría una simplificación importante y una posible reducción de los costos de fabricación del equipo. Sin duda, este análisis debe realizarse, en primera instancia, dando respuestas a las interrogantes planteadas en esta sección y posteriormente, profundizar más en la solución a proponer.

4.3.2. Configuración criostato de inmersión

Análisis de configuración de criostato de inmersión en caso de estudio

En esta sección se analizará la configuración general del criostato del caso de estudio con ayuda del catálogo de diseño para configuraciones de criostatos de inmersión.

Como se observa en las Figuras 4.3 y 4.4 el criostato del caso de estudio

está conformado por 3 cámaras. Estas cumplen distintas funciones según el modo de operación que se utilice. En la primera configuración la cámara interior y exterior funcionan como cámaras de aislación al operar a presiones de vacío, y la cámara intermedia cumple la función de reservorio de fluido criogénico. Por otra parte, en la segunda configuración, la cámara interior y exterior sirven de reservorio de fluidos criogénicos, y la cámara intermedia como cámara aislante entre estas dos cámaras frías.

La configuración que determina el criostato del caso de estudio no coincide con ninguno de los recopilados en el catálogo de diseño. Por lo anterior, para poder hacer un estudio comparativo se presenta un resumen de sus características principales.

- Temperatura de operación: 4,2K o 77K.
- Número de cámaras: 3.
- Fluido de trabajo: LHe o LN2.
- Fluidos criogénicos requeridos: LN2 o LN2 + LHe.
- Método de aislación: Chaqueta de vacío o Chaqueta de vacío + Chaqueta de LN2.
- Prestaciones adicionales: 2 modos de operación, bridas desmontables, ventanillas desmontables, diferentes modos de refrigeración de la muestra.

La principal diferencia de la configuración del caso de estudio con las otras estudiadas es que este equipo tiene dos modos de operación y entrega la posibilidad de modificar sus bridas para proveer de distintas estrategias de refrigeración a la muestra. Estos atributos, son sin duda, logros del equipo de diseño para otorgar mayor flexibilidad al criostato. Sin embargo, existen

ciertos conflictos respecto a cómo estas características fueron resueltas. A continuación, mencionan las oportunidades de mejora identificadas.

- Luego de un recorrido por el catálogo de diseño, se puede observar que una característica que tienen en común todas las configuraciones de criostatos es que las **cámaras interiores no están expuestas a condiciones ambientales**. Esto, debido a que el objetivo de la aislación es mitigar tanto como sea posible el ingreso de calor a la cámara mas interna del criostato. En el caso de estudio, las tres cámaras se encuentran expuestas a las condiciones ambientales.
- En el análisis realizado a los criostatos del catalogo de diseño se pudo observar que, **evitan tanto como sea posible la conducción de calor entre las cámaras**. En el caso de estudio, las cámaras se conectan por bridas de espesor considerable.
- En todos los criostatos presentes en el catálogo de diseño se observa que **la cámara exterior corresponde a una cámara de aislación**. En el caso de estudio, la segunda configuración tiene como cámara externa una cámara con fluido criogénico. Esto tiene como consecuencia un uso ineficiente del fluido criogénico y la condensación de aire sobre esta cámara.
- **Todos los criostatos presentes en el catálogo de diseño mitigan de alguna forma la transferencia de calor por radiación**, ya sea con una chaqueta de fluido refrigerante o MLI. El criostato del caso de estudio, en la primera configuración no se presenta ninguna medida para la aislación radiativa.

Propuestas de mejora para configuración de criostato de inmersión de caso de estudio

Para la elaboración de propuestas se consideraron las características que diferencian el criostato del CCTVal de otras configuraciones comunes. Su flexibilidad y la posibilidad de operar con LHe y LN2. Sin ir mas lejos, el análisis en detalle de las soluciones presentes en el catálogo de diseño provee de soluciones concretas para resolver la configuración del criostato del caso de estudio satisfactoriamente. A continuación, se presenta un análisis de las configuraciones disponibles en el catálogo de diseño y como éstas pueden o no, dar cumplimiento a los requerimientos del caso de estudio.

- Dewar Abierto LN2:

Al ser diseñado para operar con LN2 este criostato carece de la aislación necesaria para trabajar con LHe. El LHe tiene una entalpía de vaporización muy baja, la aislación del sistema es algo crítico en estas aplicaciones. Se descarta entonces esta solución.

- Dewar abierto para LHe con chaqueta de LN2:

Esta configuración de criostato es una alternativa viable para el caso de estudio. Sin embargo, carece de bridas desmontables en la zona inferior, lo que restringe su flexibilidad. Debido a que la configuración denominada como “Dewar para LHe con inserto desmontable”, solo se diferencia de esta por sus bridas inferiores desmontables y la ventaja que esto implica en su flexibilidad es de importancia, se desecha entonces esta alternativa.

- Dewar abierto para LHe con chaqueta de vacío y MLI:

También es una configuración viable para el caso de estudio. Está compuesto por dos cámaras, lo que lo hace atractivo en cuanto a lo simple de

la solución. Está diseñado para operar con LHe, por lo que no sería un problema operar también con LN2. Su gran desventaja es que no posee bridas inferiores desmontables. Esta alternativa debería ser desechada solo si la flexibilidad es una característica que debe, bajo cualquier circunstancia, poseer el criostato del caso de estudio.

- Dewar para LHe con inserto desmontable:

La solución más prometedora es la de un criostato para LHe de 4 cámaras con bridas desmontables, como el que se puede observar en la Figura 3.10. Esta solución conceptual es un buen punto de partida para el desarrollo de las necesidades específicas del caso de estudio, cuya fuente de información provendrá de las respuestas a las interrogantes planteadas en la elaboración de propuestas para la selección de un sistema de refrigeración.

4.3.3. Materiales para aplicaciones criogénicas

Análisis de materiales utilizados en caso de estudio

Se analizan los materiales utilizados en el caso de estudio en sus componentes principales, considerando su función y condiciones a las cuales son sometidos. La información utilizada para el análisis es extraída de la tabla resumen de materiales de uso común en criogenia.

- Cámaras:

Las cámaras están compuestas por una pared cilíndrica y bridas soldadas en sus extremos. El material empleado en la construcción de las cámaras del criostato del caso de estudio fue Acero Inoxidable AISI 304. Este material posee una estructura cristalina FCC, por lo que sus propiedades mecánicas no se ven disminuidas por las bajas temperaturas, posee una baja conductividad térmica, y una dilatación térmica media

comparada con otros materiales. Estas propiedades lo hacen un material ideal para la construcción de elementos aislantes y estructurales en los criostatos. Además, agregar que posee una buena resistencia a las condiciones ambientales, tiene un costo moderado, es fácil de limpiar y admite método de soldadura TIG, ampliamente utilizado en experiencias de laboratorio de alto vacío y también industrialmente. En resumen, cumple de muy buena forma los requerimientos para ser utilizado en la construcción de cámaras.

- Sellos:

Los sellos utilizados en todas las uniones bridadas del criostato del caso de estudio, fueron fabricados en cobre. No se tienen mas antecedentes sobre la calidad y especificaciones de este material. El uso de esta materialidad tiene relación con una determinada tecnología de sellos utilizada en el equipo.⁶ Por lo que definir si fue una decisión adecuada o no en cuanto a su materialidad está sujeta por las características de la tecnología de sellos requerida para una determinada aplicación. Sin embargo, es importante notar que para el uso de este material como sello se utiliza Cobre OFHC, que corresponde a cobre con bajo contenido de oxígeno. Esta cualidad es muy importante si se trata de sellos para Alto Vacío.

- Pernos:

Los pernos utilizados en todas las uniones bridadas corresponde a pernos Parker de acero inoxidable clase A2. Es una decisión adecuada siempre que se tenga en consideración la contracción térmica de las uniones. Podría requerirse golillas de Invar o un perno de otra materialidad en caso de que la unión pueda aflojarse. Finalmente, cuando se tiene pernos de acero inoxidable con bridas de acero inoxidable es bueno considerar

⁶Este tema será tratado en detalle en la sección de técnicas de unión.

el uso de lubricante seco o pernos recubiertos para así evitar la adhesión que comúnmente ocurre entre estos componentes.

- Tapas y bridas:

En general este tipo de componentes es fabricado en el mismo material que los cilindros de las cámaras. En el caso de estudio se empleó Acero Inoxidable AISI 304. Los comentarios respecto a su selección son idénticos a los descritos para las cámaras.

- Porta muestras:

La probeta porta muestras tiene dos componentes principales, la cámara porta muestras y un elemento conductor.⁷ La cámara porta muestras está fabricada en Acero Inoxidable AISI 304. Este material es considerado un material aislante en aplicaciones criogénicas, por lo que si se requiere alcanzar una distribución de temperaturas o una tasa de transferencia de calor homogéneas sobre toda la geometría del cristal, no es la alternativa más adecuada para este fin. Por otra parte, el elemento conductor está fabricado en cobre. No hay mayor información disponible acerca de este material. La calidad del cobre y su grado de impurezas afectan enormemente la conductividad térmica del material a temperaturas criogénicas. Si se desea estimar adecuadamente la tasa de transferencia de calor, se debe contar con esta información.

Del análisis realizado, se puede concluir que este es uno de los puntos fuertes del diseño del criostato del caso de estudio. En general, se observa que los materiales seleccionados cumplen con las expectativas que se tienen para sus distintas aplicaciones.

⁷Cold Finger o Dedo Frío.

Propuestas para la selección de materiales en caso de estudio

Del análisis anterior, se desprende que en general el criostato del caso de estudio está bien resuelto en cuanto a su materialidad. Sin embargo, se propone un cambio sobre el material empleado para los sellos. Anticipando de cierta forma lo que se discutirá en el análisis a las técnicas de unión, la tecnología de sellos empleada se utiliza en condiciones de alto vacío y se comporta bien a temperaturas criogénicas. Si esta es su aplicación, se requiere que el material de los sellos sea reemplazado por Cobre OFHC, por los motivos mencionados en el análisis del material de sellos.

Por otra parte, los materiales utilizados en la construcción del porta muestras, tanto la cámara como el elemento conductor, podrían ser reemplazados por Cobre de alta pureza, Cobre OFHC, o Cobre OFE. Todos estos materiales tienen una excelente conductividad térmica a bajas temperaturas. Esto podría ser beneficiosos para los resultados del estudio.

4.3.4. Técnicas de unión en aplicaciones criogénicas

Análisis de las técnicas de unión empleadas en caso de estudio

El análisis de las técnicas de unión empleadas en el caso de estudio fue llevado a cabo con la información disponible en el catálogo de diseño de técnicas de unión.

El hecho de que el caso de estudio opere en dos configuraciones distintas podría implicar un sobre dimensionamiento de los requerimientos para determinadas uniones. Otra observación sobre el diseño de las uniones en el criostato del caso de estudio, es la cantidad de uniones desmontables que posee y la diversidad de condiciones sobre las que operan. Se deben evitar tanto como sea posible este tipo de uniones, sobretodo en condiciones de vacío o criovacío donde las exigencias son elevadas para la tecnología de sellos y cada

una de estas uniones puede ser una fuente de una fuga indeseada y difícil de localizar.

A continuación, se presenta una tabla resumen con las técnicas de unión utilizadas en el criostato del caso de estudio.

Técnicas de unión aplicadas en criostato de caso de estudio					
Subconjunto	Componente 1	Componente 2	Tipo de unión	Técnica de unión	Materiales
Cámaras	Cilindro	Brida cilindro	Permanente	Soldadura TIG	A. Inoxidable - A. Inoxidable
	Cilindro	Cilindro ventanilla	Permanente	Soldadura TIG	A. Inoxidable - A. Inoxidable
	Cilindro ventanilla	Brida ventanilla	Permanente	Soldadura TIG	A. Inoxidable - A. Inoxidable
	Brida ventanilla	Tapa ventanilla	Temporal	Unión bridada	A. Inoxidable - A. Inoxidable (Cobre: material de sello)
	Brida cilindro	Tapa cilindro / Brida de unión de cámaras	Temporal	Unión bridada	A. Inoxidable - A. Inoxidable (Cobre: material de sello)

Cuadro 4.5: Tecnología de unión utilizadas en criostato de caso de estudio. [22]

Debido a que la materialidad de los componentes de la cámara son de acero inoxidable, el método ideal de unión de estos es la soldadura TIG. Permite realizar uniones permanentes, aptas para el trabajo a temperaturas criogénicas y adecuadas también para aplicaciones de Alto Vacío.

La tecnología utilizada para todas las uniones bridadas en el criostato del caso de estudio, corresponde a una modificación de los “CF-Flanges”. Esta tecnología consiste en una unión bridada, normalmente con bridas de acero inoxidable y un sello de cobre OFHC con forma de anillo. Este anillo es deformado, por un labio que poseen las bridas y de esta forma se genera una unión ampliamente utilizada en la tecnología de Alto Vacío. Como se comentó, la técnica empleada para todas las uniones del criostato corresponden a una modificación de una técnica conocida y confiable. Si es que no existen motivos de peso para la modificación de una tecnología de sello, se recomienda utilizar las alternativas que se encuentran comercialmente disponibles y/o realizar modificaciones menores conservando su principio de funcionamiento. Es importante también, utilizar una técnica de unión de acuerdo a los requerimientos de esta. Si existe la posibilidad de usar un técnica que utilice sellos de

elastómeros, es preferible debido a su bajo costo, fácil montaje y confiabilidad de la técnica.

Propuestas para la unión de componentes en caso de estudio

Como primera recomendación, para un uso eficiente de los recursos y evitar complicaciones futuras, la selección de la técnica de unión debe adecuarse a los requerimientos estos. Se hace referencia si se requiere una unión permanente o temporal, presiones de trabajo y rango de temperaturas de operación, principalmente.

A continuación se presenta un resumen de las uniones desmontables en las cámaras del criostato del caso de estudio, donde se concentra el análisis realizado en el punto anterior.

ID	Resumen de uniones bridadas			
	Función	Cantidad	Temperaturas	Presión
1	Ventanilla	6	Criogénicas - Ambientales	Vacío - 0,3 [bar] (Manométrico)
2	Tapas	4		
3	Unión entre cámaras	2		

Cuadro 4.6: Resumen de uniones bridadas en criostato de caso de estudio. [22]

En el Cuadro 4.6 se puede observar que el equipo posee 12 uniones bridadas en sus cámaras. Estas uniones se desempeñan, dependiendo del modo de operación, en condiciones de vacío o sobre presión de 0,3 [bar], y a temperaturas que van desde el rango criogénico hasta la temperatura ambiente. Una tecnología que cumpla con estos requerimientos, en primer lugar son costosas y segundo, son complejas y su técnica de aplicación debe ser bien conocida. Debido a que no se tiene la suficiente información sobre las condiciones de operación de las cámaras, se comentarán algunas aplicaciones y se mencionarán que tecnologías pueden ser adecuadas para estas aplicaciones.

- Sellos en contacto con fluidos criogénicos:

Estas uniones están sometidas a temperaturas propias de los fluidos criogénicos (4,2 o 77K). Pocos materiales que comúnmente son utilizados como sellos⁸ conservan su integridad a estas temperaturas. Por lo tanto, para estas aplicaciones se utilizan sellos metálicos. Los “CF-Flanges” o “Wire Seal” tienen un buen comportamiento a bajas temperaturas, sin embargo sus proveedores aseguran un funcionamiento confiable hasta la temperatura del LN2. Para aplicaciones donde se requiera una unión desmontable a temperaturas del LHe o menores se utiliza el “Indium Wire”. En el transporte de fluidos también es posible utilizar los “VCR-Fittings”.

- Sellos para aplicaciones de vacío:

La selección de una técnica de unión adecuada para estas aplicaciones depende del grado de vacío que se quiera alcanzar y la temperatura a la cual estará sometida la unión. Los “CF-flanges” y “Wire-Seal” están diseñados para operar en condiciones de Ultra Alto Vacío (1×10^{-13} [Torr]). Por otra parte, los “ISO KF”, “ISO K”, “ASA Flanges” están diseñados para operar en condiciones de Alto Vacío (1×10^{-8} [Torr]), los cuales generalmente utilizan un material de sello elastómero y su temperatura de operación está restringida por la temperatura a la cual el elastómero comienza ver afectadas sus propiedades mecánicas.

4.3.5. Técnicas de aislación térmica en criogenia

Análisis de las técnicas de aislación empleadas en caso de estudio

El análisis de las técnicas de aislación utilizadas en el caso de estudio se realizó en consideración de la información disponible en el catálogo de diseño

⁸Generalmente elastómeros.

sobre técnicas de aislación para aplicaciones criogénicas.

Independiente al modo de operación que se utilice en el caso de estudio, el método principal de aislación es Medio Vacío, como se especifica en la 4.3. La primera observación sobre esto, es que esta presión de vacío es insuficiente para actuar como un método altamente efectivo para la transferencia de calor entre las cámaras. De todas formas, esto no es gran problema si se está operando con LN₂. Debido al alto poder de vaporización y el costo moderado de este fluido criogénico, se pueden otorgar ciertas licencias respecto a los métodos de aislación térmica del equipo. Es decir, esta configuración podría ser factible en cuanto a su operación, pero probablemente sea un equipo ineficiente en cuanto al uso del recurso criogénico.

Ahora bien, si se desea operar con LHe, su operación podría ser inviable. Como se comentó en la sección de transporte de fluidos criogénicos, este fluido tiene un poder de vaporización muy bajo, por lo que una pequeña cantidad de energía puede vaporizarlo fácilmente. El otro problema, es el alto costo que tiene este fluido[4], por lo que uso de manera ineficiente, no sería aceptable. Si se considera el caso mas favorable para el criostato del caso de estudio, que sería en el segunda configuración de operación de este, se tiene una chaqueta de fluido criogénico (LN₂) y una chaqueta de vacío entre esta cámara y el reservorio de LHe. La aislación para este sistema es insuficiente. Si bien la chaqueta de LN₂ es un método adecuado, carece de una chaqueta de vacío que aisle esta cámara de las condiciones ambientales. Como se mencionó la presión de vacío es insuficiente para que esta técnica de aislación sea realmente efectiva. Y como último punto, la conducción que existe entre las cámaras mermaría la capacidad de estas de ser un buen método de aislación térmica.

En resumen, para una operación con LN₂ el diseño de la aislación del caso de estudio es aceptable, siempre y cuando no se sobrepasen las tasas de consumo máximas del uso de fluido criogénico. Por otra parte, la refrigeración

con LHe requiere de una presión de vacío mayor, corregir la conducción entre las cámaras y aislar térmicamente a la cámara de LN2 del ambiente.

Elaboración de propuestas para la aislación de caso de estudio

Del análisis sobre la aislación del criostato del caso de estudio realizado, se concluye existen oportunidades de mejora importantes, sobre todo para la operación con LHe.

Como se comentó en la sección de propuestas de configuración de criostato, un buen punto de partida es considerar una configuración de 4 cámaras. Reservorio de LHe, cámara de vacío, reservorio de LN2, y cámara de vacío. O bien la configuración mas sencilla de 2 cámaras, que cuenta con una cámara de reservorio de fluido criogénico y una chaqueta de vacío con MLI. Cualquiera sea la decisión, donde se deben analizar elementos que escapan del presente análisis, se deben respetar las siguientes consideraciones:

- Para aislación mediante chaqueta de vacío considerar una presión de acuerdo a Alto Vacío.
- No exponer cámaras a temperaturas criogénicas a condiciones ambientales.
- Evitar cuanto sea posible la conducción de calor entre cámaras.
- Para operar con LHe se debe pre-enfriar el equipo con LN2. [4]

Para una aproximación adecuada al diseño térmico de este tipo de sistemas criogénicos, se recomienda iniciar por una configuración conocida, donde probablemente los conflictos observados en este análisis se encuentran resueltos. Y en segundo lugar, respetar las condiciones que requieren las distintas técnicas de aislación para ser efectivas.

4.3.6. Métodos para el transporte de fluidos criogénicos

Este es un sistema no resuelto en el criostato del caso de estudio. Debido a esto, no se puede realizar el mismo análisis que sea realizado para todos los sistemas anteriores. Sin embargo, a continuación se dejaron recomendaciones para el caso de estudio basados en la tabla de clasificación para tecnología de transporte de fluidos criogénicos.

Elaboración de propuestas para la transferencia de fluidos criogénicos en el caso de estudio

En el contexto de equipos criogénicos de laboratorio, se requieren los siguientes elementos para la transferencia de fluidos criogénicos.

- Almacenamiento
- Sistema de regulación de presión en almacenamiento
- Línea de transferencia

La técnica a utilizar depende del fluido criogénico a transferir y los recursos disponibles en el laboratorio.

Debido a que el caso de estudio requiere de la transferencia de los dos fluidos, se comentara a continuación que se requiere para cada caso:

- LN2:

Para la transferencia de LN2 se requiere, en primer lugar de un Dewar de almacenamiento de LN2, el cual puede ser auto-presurizado o no. En la UTFSM se dispone de un Dewar de almacenamiento de LN2 no auto-presurizado, por lo que se requiere de un sistema de presurización externa: N2 gaseoso. El N2 es inyectado dentro del Dewar de almacenamiento, lo que genera un aumento de presión y la transferencia de fluido

puede ser controlada. En cuanto a la manguera de transferencia, para distancias menores a 10 [m] no se requiere una línea de transferencia aislada.[4] Se recomienda de todas formas, adquirir una manguera de transferencia flexible, ofrece una flexibilidad necesaria para experiencias de laboratorio.

- LHe:

Para la transferencia de LHe, se requiere en primera instancia un Dewar para almacenar LHe. Para presurizar el Dewar y controlar la transferencia se puede utilizar He gaseoso o un “Bladder”⁹. Para la transferencia del fluido criogénico hacia el criostato, se requiere de una manguera de transferencia aislada¹⁰.

⁹Globo de goma que permite reingresar el He que se ha evaporado en Dewar.

¹⁰Comúnmente con un chaqueta de vacío.

Capítulo 5

Conclusiones y recomendaciones

5.1. Sobre criostato de caso de estudio

En primer lugar, es importante dejar en claro que el diseño de un objeto es, en gran medida, resultado de las condiciones del momento en el cual fue desarrollado. Dificultades como que la no disponibilidad de materiales, carencia de capacidades de fabricación en el ecosistema, falta de “Know-How” para la resolución de problemas, entre otras variables externas, pueden afectar enormemente el resultado del desarrollo.

El análisis del caso de estudio aborda 6 dimensiones relevantes para el diseño de criostatos desde la perspectiva de la ingeniería mecánica. Estas dimensiones tienen dos fuentes principales, la primera viene de la observación de caso de estudio y la detección temprana de oportunidades de mejora. Y en segunda instancia, en la búsqueda bibliográfica realizada, se observó que estos tópicos son los que mas se repiten en los textos y también, los que con mayor profundidad se abordan.

Ya se realizó un análisis detallado de las 6 dimensiones mencionadas en la sección anterior. Es interesante entonces, realizar un análisis sobre el resultado global del criostato del caso de estudio. Desde la perspectiva del diseño,

se observa que este equipo compromete algunas características esenciales desde su desarrollo conceptual. Es decir, los conflictos identificados, son consecuencia de una solución conceptual sobre el método de refrigeración y su configuración, que no visualizó oportunamente las inconsistencias respecto a su aislación. Esto podría haber sido resuelto con una búsqueda mas exhaustiva y detallada de soluciones disponibles para este propósito, como lo son las configuración de criostato de inmersión estudiadas. Es importante resaltar las implicancias que puede tener una solución conceptual con ciertas inconsistencias sobre el futuro diseño de detalle de los componentes involucrados en estas. Es difícil, con este nivel de avance del desarrollo, proponer alguna solución resolver los conflictos que existen en la aislación de este, ya que como se mencionó, son problemas que se vienen desde como el equipo fue concebido y, con las elevadas exigencias de los requerimientos, ninguna posible solución actual podrá competir con un buen desarrollo conceptual inicial.

El desarrollo de un equipo de estas características requiere de un ecosistema interno y externo a la organización, que pueda proveer de conocimiento y soluciones a las problemáticas que puedan surgir a lo largo del proceso. Para un desarrollo exitoso, mas allá de como el proceso de diseño sea desarrollado, es importante contar con alianzas con buenos proveedores, personas de experiencia en el área y con esto, realizar un trabajo meticuloso desde el diseño conceptual, hasta los cálculos ingenieriles y el diseño de detalle.

5.2. La MDS como herramienta de diseño

Como se expone en la sección de Introducción a la metodología de diseño, la metodología utilizada consta con una definición lineal del proceso de diseño, en conjunto con una teoría sobre los sistemas técnicos, y una serie de métodos para la búsqueda y evaluación de soluciones. La intención inicial de este trabajo era aplicar esta metodología de diseño sistemático de acuerdo a todas

sus reglas, lo que finalmente no fue posible ya que, al tratarse de un método complejo y en general rígido, el cual también está pensado para ser aplicado en organizaciones cuyo rubro es el desarrollo de productos, existen ciertas condiciones, mas ligadas al fenómeno social de cómo el diseño es abordado en cada organización, que no son tomadas en cuenta en esta metodología. Por lo tanto, al ser un método que pretende estructurar gran parte del proceso de diseño, lo hace complejo de seguir y de aplicar.

Sin embargo, para el desarrollo de este trabajo, fue de gran utilidad el uso de los diferentes métodos de búsqueda y categorización de soluciones. Gran parte de este trabajo está basado en la generación y uso de catálogos de diseño y métricas de clasificación.

En este caso en particular, en el cual se desarrolló un objeto tecnológico complejo, que requiere conocimientos y habilidades en diversas áreas, el uso de los métodos de búsqueda y selección soluciones tuvo las siguientes ventajas:

- Hizo mas objetivo el análisis y evaluación de las soluciones disponibles.
- Al disponer las características de distintas soluciones, permitió profundizar y detallar los requerimientos del equipo a desarrollar.
- Aumentó el espectro de soluciones disponibles.
- Permite tener una visión amplia sobre el espectro de las posibles soluciones, por lo tanto, permite anticipar conflictos que pudieran existir entre soluciones de distintos sistemas.

5.3. Como herramienta de desarrollo tecnológico

El objetivo implícito de este trabajo es generar un propuesta de metodología que sirva para potenciar y mejorar desde el diseño, la forma en que se desarro-

lla tecnología, y que esta metodología pueda ser utilizada como herramienta para el desarrollo de nuevos desafíos tecnológicos ligados a la refrigeración criogénica.

Este trabajo toma las bases conceptuales de la complejidad económica y sus principios fundamentales, que definen que la riqueza de las naciones están directamente relacionadas con la capacidad que tienen estas de desarrollar productos de mayor complejidad. La metodología de trabajo presentada pretende ser una aporte a la forma de transmitir y cuidar el conocimiento implícito que se alberga en los procesos de diseño. De esta forma podríamos pensar en que las redes de personas que participan en el desarrollo de estas iniciativas tengan conexiones mas claras y evidentes. Así la división de las labores y el conocimiento, podrían permitir a futuro un aumento en la complejidad o diversidad de las capacidades del centro de investigación, por ejemplo. Y por qué no, extrapolar esto a que permita sentar las bases técnicas de la colaboración con empresas, otros centros de investigación y universidades.

Por supuesto, que esta temática es compleja y hay un sin fin de factores que afectan la capacidad de las naciones generar productos y servicios. Sin embargo, el comenzar desde la generación de los conocimientos, y pensar acerca de cómo se transmiten entre los individuos y organizaciones es un tema que merece atención y trabajo.

Bibliografía

- [1] Gerhard Pahl and Wolfgang Beitz. *Engineering design: a systematic approach*. Springer Science & Business Media, 2013.
- [2] Karl T Ulrich. *Product design and development*. Tata McGraw-Hill Education, 2003.
- [3] CERN G. Perinić. *Introduction to Cryogenic Engineering* . <https://www.slac.stanford.edu/econf/C0605091/present/CERN.PDF>, 2019.
- [4] Jack Ekin. *Experimental techniques for low-temperature measurements: cryostat design, material properties and superconductor critical-current testing*. Oxford university press, 2006.
- [5] Vittorio Parma. Cryostat design. *arXiv preprint arXiv:1501.07154*, 2015.
- [6] Janis Research Company. *Matríz de selección de equipos criogénicos* . <https://www.janis.com/Products/ProductMatrix.aspx>, 2019.
- [7] Klaus D Timmerhaus and Richard P Reed. *Cryogenic engineering: fifty years of progress*. Springer Science & Business Media, 2007.
- [8] NSK. Rolling bearings. <https://www.nsk.com/index.html>, 2021.
- [9] Janis Research Company. *Diferencias entre G-M Cycle refrigerators y Pulse Tube Refrigerators* .

<https://www.janis.com/Products/Cryocoolers/PulseTubeVsGifford-McMahonCryocoolers.aspx>, 2019.

- [10] MN Jirmanus et al. Introduction to laboratory cryogenics. *Janis Research Company, MA, EUA*, 1990.
- [11] Thomas Flynn. *Cryogenic Engineering, revised and expanded*. CRC Press, 2004.
- [12] JG Weisend II. *Cryostat Design*. Springer, 2016.
- [13] kurt j. lesker company. kurt j. lesker company. <https://www.lesker.com/>, 2021.
- [14] Guglielmo Ventura and Lara Risegari. *The art of cryogenics: low-temperature experimental techniques*. Elsevier, 2010.
- [15] Swagelok. Vcr® metal gasket face seal fittings. <https://www.swagelok.com>, 2021.
- [16] Altair. Brazing technologies. <https://altairusa.com/>, 2021.
- [17] Ltd. Henan Hongtai Kiln Refractory Co. Expanded perlite for cryogenic insulation. <https://www.alibaba.com>, 2021.
- [18] Cryofab. Cryofab website. <https://www.cryofab.com/>, 2021.
- [19] Nicholas Howard Balshaw. *Practical cryogenics: an introduction to laboratory cryogenics*. Oxford Instruments, Scientific Research Division, 1996.
- [20] P Bunout. Diseño, construcción e implementación de un sistema criogénico para la producción de un cristal de amoníaco, 2018.
- [21] P Bunout. Animations cryostat 2019, 2019.
- [22] R Mena Fredes. Elaboración propia. 2021.

Anexos

Anexo A: Técnicas de refrigeración.

Criterio de clasificación		Diseño							Características				Comentarios					
Tipo de refrigeración	Localizado/refrigerante	Denominación	Esquema	Requiere dispositivos de flujo refrigerante	Potencial de enfriamiento	Alimentación de flujo refrigerante	Transferencia de calor	Inducción de vibraciones al sistema	Sónico	Temperatura de operación	Temperatura de evaporación	Revolución de temperatura	Montaje de la muestra	Costo	Fluido refrigerante	Disponibilidad comercial	Comentarios	
1	2	1	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16		
Métodos de refrigeración criogénica	Refrigeración por inmersión	Bath cryostat / Inmersión criogénica		Si	Alta	Transferencia de calor desde un almacenamiento	No	No	No	< 4K (He2)	Muy restringido al fluido refrigerante	2.2 K	Susceptible	Bajo	He, N2	A pedido		
		Gas flow cryostat		Si	Medio	Transferencia de calor desde un almacenamiento	No	No	Si	Gran variedad	1.9-200 K	115 [mK]	Refrigeración sobre el mismo conductor (He4/He3)	Alto	Requiere disponibilidad de fluidos refrigerantes	Estándar		
		Liquid flow cryostat		Si	Medio	Transferencia de calor desde un almacenamiento	No	No	Si	Gran variedad	4-800 K	1.2 [mK]	Refrigeración sobre el mismo conductor (He4/He3)	Alto	Requiere disponibilidad de fluidos refrigerantes	Estándar		
	Refrigerador criogénico	2 Stage dilution refrigerator cryocooler		10-100 W @ 20K y 30-600 W @ 80 K	No	Ciclo cerrado	No	Alto: 100 micrometros de amplitud a 1.2 Hz de vibración	Si	Debe tener relación con la zona de transferencia de calor	Unicamente 3He, 4He. Pueden alcanzar configuraciones especiales	1.2-200 K		Refrigeración sobre elemento conductor (Indirecta)	Bajo	He, 3He, 4He	Estándar	
		Pulse Tube Cryocooler		10-20 W @ 4.2K, 1-50W @ 80 K	No	Ciclo cerrado	No	Si solo proveen una vibración de hasta dos centímetros en un G-M cryocooler	Si		He, 3He, 4He. Pueden alcanzar configuraciones especiales	2.8-315 K		Refrigeración sobre elemento conductor (Indirecta)	Bajo	He, 3He, 4He	Estándar	Tiene una estabilidad mayor que el "cold end".

Anexo B: Catálogo de diseño de configuraciones típicas de criostatos de inmersión

Criterio de clasificación		Solución		Características				
1	2	1	2	1	2	3	4	5
Configuración	Temperatura de operación	Denominación	Esquema	Nº de cámaras	Fluido de trabajo	Fluidos criogénicos requeridos	Método de aislación	Prestaciones adicionales
Configuraciones típicas de criostatos de inmersión	77 K	Criostato de inmersión doble cámara para LN2		2	LN2	LN2	Chaqueta de vacío	-
		Criostato de inmersión doble cámara para LHe		2		LHe	Chaqueta de vacío + MU	-
	4,2 K	Criostato de inmersión de 4 cámaras para LHe con brida superior desmontable		4	LHe	LHe + LN2	Chaqueta de vacío + Chaqueta de LN2	-
		Criostato de inmersión de 4 cámaras para LHe con todas las bridas desmontables		4		LHe + LN2	Chaqueta de vacío + Chaqueta de LN2	Bridas desmontables Puertos de viento e instrumentación

Anexo C: Materiales de uso común en criogenia.

ID	Material	Norma / Denominación	Contracción Térmica		Transición Dúctil - Frágil	Estructura Cristalina	Conductividad Térmica	Aplicación
			DI/L (300-100K) x 10 ⁻⁵	DI/L (100-4K) x 10 ⁻⁵				
1	Cobre	OFHC, ETP, Fosforado Desoxidado	326	44		FCC	Alta	Conductor / Sello
2	Bronce	-	340	57		FCC	Media	-
3	Aluminio y aleaciones	6061, 6063, 1100	415	47		FCC	Media	Estructural / Conductor
4	Acero inoxidable austenítico	AISI 304, 304L, 316, 321	296	35		FCC	Baja	Estructural / Aislante
5	Invar	Fe-36Ni / Aleación Fe-Ni	40	-		FCC	Media	Gollillas / Baja contracción térmica
6	Titanio	-	134	17		HCP	Baja	Estructural / No magnético
7	Teflón	PTFE	-	-	No	NA	Baja	Sello
8	Epoxi/Fibra de vidrio (Composite)	G-10, G-11	279	47		NA	Baja	Estructural / Aislante
9	Indio	-	-	-		NA	-	Sellos / O ring
10	Kapton	-	-	-		NA	Baja	MLI / Aislante térmico-eléctrico
11	Mylar	-	-	-		NA	Baja	MLI / Aislante térmico-eléctrico
12	Quarz	-	-	-		NA	-	Ventanillas

Anexo E: Catálogo de diseño sobre técnicas de aislamiento para aplicaciones criogénicas.

Tipo de Aislación	Criterio de clasificación		Solución								
	2	1	Denominación	Esquema	Rango de temperatura recomendable	Requiere Alto Vacío	Condición del sistema aparente (mW/(m ² ·K))	Condición de vacío requerida	Configuraciones disponibles	Componentes adicionales requeridos	Ventajas
Técnicas de aislación de cámaras criogénicas	Convección / Conducción residual de gases	Alto Vacío		300@4K o menos	Si	5	1.3×10^{-10} [mPa]	Depende de almacenamiento, Cristales de inmersión para laboratorio LN2, 7He	Bombas y componentes para alto vacío	Alternativa más efectiva conocida.	Costo / Peso / Complejidad
		Pólvos evacuados		300@77K	Medio Vacío	2,1@1,7	1.3×10^{-7} [Mpa]	Perlitita, Aerogel Silica, Fibra de vidrio, Lana mineral o de roca, Vermiculita, Carbonato de magnesio	Bombas y componentes para medio vacío	-	Requiere de medio vacío para operar
	Conducción a través de sólidos	Pólvos no evacuados		300@77K	No	4@19	No requiere	-	-	-	Condensación de gases
		Espumas sólidas		300@77K	No	35@26	No requiere	Poliuretano, Poliestireno, "Glass Foam", "Foamed Plastics"	-	Economico/ Simple	Alta dilatación térmica, No es una buena alternativa para cámaras de bajas temperaturas
Radiación	Multilayer insulation		300@4K o menos	Si	7 @ 1.7×10^{-2}	1.3×10^{-12} [mPa]	-	Bombas y componentes para alto vacío	Solo tiene sentido si aplica en conjunto con alto vacío		

Anexo F: Tabla de clasificación para tecnologías de transporte de fluidos criogénicos.

Transporte de fluidos criogénicos en experiencias de laboratorio			
Función	Fluido refrigerante	LN2	LHe
		ID	1
Almacenamiento/Transporte		1 Dewar para almacenamiento de LN2 auto presurizado	Dewar para almacenamiento de LHe
		2 Dewar para almacenamiento de LN2	
Regulación de presión en Almacenamiento		3 Auto presurizado	Presurizado mediante "Bladder"
		4 Presurizado con N2 gas	Presurizado mediante He gas
Transferencia de fluidos		5 Tubería rígida acero inoxidable sin aislación	Tubería rígida acero inoxidable con aislación
		6 Tubería flexible acero inoxidable sin aislación	Tubería flexible acero inoxidable con aislación