RESERVA DE DERECHOS AL USO EXCLUSIVO DE TITULO No. 04-2018-070614032000-203 VIGENCIA 06/07/2019 A 06/07/2020 ACTUALIZACIÓN 20/06/2020 ISSN 2594-1925 a cargo de la FCITEC









### Vol. 3, Núm. 2 (2020)

### Tabla de contenidos

### Artículos de Investigación



La estrategia como factor de innovación en las organizaciones Enrique Arellano-Becerril, Yuridia Vega





PDF 76-86

PDF 87-95

PDF

PDF (ENGLISH) 120-135



Modelo dinámico para el rendimiento térmico de un proceso de liofilización, basado en una matriz de funciones de transferencia completa Maria Elizabeth Rodríguez- Ibarra, Eloy Edmundo Rodríguez Vázquez, Ana Marell Arteaga-Martínez, Samantha Lilia Narváez-Granados, Helen Janeth Zuñiga-Osorio, Victor Miguel Villasana-Velázquez

Ibarra, Helen Janeth Zuñiga Osorio, Luis Álvaro Montoya Santiyanes

Ana Marell Arteaga Martínez, Eloy Edmundo Rodríguez Vázquez, Maria Elizabeth Rodríguez



# La estrategia como factor de innovación en las organizaciones

Strategy as a factor of innovation in organizations

### Enrique Arellano-Becerril<sup>1</sup>, Yuridia Vega

Facultad de Ciencias de Ingeniería y Tecnología, Universidad Autónoma de Baja California Universitario #1000 Unidad Valle de las Palmas, Tijuana, Baja California, C.P. 22260, México.

Autor de correspondencia: Yuridia Vega, Facultad de Ciencias de la Ingeniería y Tecnología, Universidad Autónoma de Baja California, Unidad Valle de las Palmas, Tijuana, Baja California, México, vegay@uabc.edu.mx clave ORCID: 0000-0001-5229-9655.

Recibido: 15 de Septiembre del 2019 Aceptado: 15 de Mayo del 2020 Publicado: 20 de Junio del 2020

**Resumen.** - En este trabajo se plantea la importancia de la estrategia en la organización como factor detonante para los procesos de innovación y competitividad empresarial. ¿Cuáles son las estrategias de las empresas para lograr innovación organizacional?. "La pregunta fundamental en el campo de la dirección estratégica es cómo las firmas consiguen y sostienen la ventaja competitiva". La investigación se orienta hacia factores de innovación organización como son la productividad y la flexibilidad laboral, explorando en las organizaciones la relación entre la capacidad tecnológica y los sistemas de información como variables de la productividad. Así mismo se propone un modelo matemático para estimar la productividad en base a las variables de capacidad tecnológica y los sistemas de información.

**Palabras clave:** Estrategia; Innovación organizacional; Productividad; Flexibilidad laboral; Capacidad tecnológica; Sistemas de información.

**Abstract.** - This work addresses the importance of the strategy in the organization as possible trigger for the processes of innovation and business competitiveness. What are the corporate strategies for achieving organizational innovation?. "The fundamental question in the field of strategic management is how firms achieve and sustain competitive advantage". Research is geared towards organizational innovation factors such as productivity and labor flexibility, exploring in organizations the relationship between technological capacity and information systems as productivity variables. A mathematical model for estimating productivity based on technological capacity variables and information systems is also proposed.

**Keywords:** Strategy; Organizational innovation; Productivity; Labor flexibility; Technological capacity; Information systems.



### 1. Introducción

Las empresas deben mantenerse a un ritmo dinámico, ya que las exigencias de un mercado globalizado y competitivo requieren responder a grandes retos, como es la competencia internacional, los mercados fragmentados y exigentes, la variedad tecnológica y avances continuos, por lo que es necesario que las empresas posean estrategias de innovación administrativas y tecnologías.

La innovación administrativa relacionada con el desarrollo de habilidades que les permita detectar y predecir las turbulencias en su entorno y las oportunidades creando empresas sólidas. resistentes. flexibles V sostenibles. Y la innovación tecnológica que tienen que ver con la generación de nuevos productos, mejoras incrementales, variedad de productos y mejoras en los procesos [1]. En este trabajo se explica la importancia de la estrategia y el conocimiento en la empresa como factor detonante para los procesos de innovación y competitividad empresarial.

En estudios de base de datos como el Scopus en relación a las temáticas de estrategia, innovación y negocios sobresalen los temas de enfoque basado en recursos, las capacidades dinámicas y ventaja competitiva [2]. Al respecto David Teece afirma "Un modelo de negocio es más genérico que una estrategia de negocios. Acoplamiento de estrategia y análisis del modelo de negocio es necesaria para proteger ventajas competitivas derivadas de diseño de modelo de nuevo negocio" [3]. (Teece, 1997). En la actualidad las organizaciones se encuentran en competencia constante debido a la globalización y la necesidad tan cambiante del mercado, donde existen una alta variedad de productos o servicios, altos y bajos niveles de producción, pero más aún a precios bajos, donde la capacidad de respuesta que muestre la empresa será un factor importante para posicionarse en el mercado [4]. Chesbrough en el 2010, menciona en su trabajo que la innovación es un factor dominante en el crecimiento económico v en los patrones de comercio internacional, por lo que impulsa a las empresas a tomar decisiones estratégicas que les permitan disminuir los costos de operación [5].

Entendiéndose como estrategia al plan que integra de forma coherente los principales objetivos, políticas y secuencias de acción de una organización, basándose en las competencias y carencias internas, los cambios en el entorno y las tácticas de los adversarios inteligentes, impactando en la competitividad e innovación. La pregunta fundamental en el campo de la dirección estratégica es cómo las firmas consiguen y sostienen la ventaja competitiva [6].

En este sentido las empresas innovadoras además de poseer una estructura sólida y con una visión creativa, le brindan a su gente un sistema de incentivos y premio, para alentar a las innovaciones exitosas no solo del departamento de innovación y desarrollo, sino a todos. desde ejecutivos, gerentes hasta trabajadores de línea con la finalidad de alentar y

premiar un éxito que resulta de todo el grupo. Además de mantener una relación entre planeación estratégica y la dirección y ejecución de proyectos mediante un proceso continuo de toma de decisiones empresariales de manera sistemática, con conocimiento del sistema y visión del entorno del mercado [7].

Las empresas se vuelven competitivas cuando desarrollan estrategias que satisfacer al cliente, pero también internamente para la organización, y estás muestran flexibilidad para adaptarse a nuevas tecnologías o innovaciones. Pero ¿cuáles son las estrategias de las empresas? Morales y Pech (2000) [8], mencionan que las estrategias van en función de recursos, metas y objetivos y que suelen ser de manufactura, mercadotecnia, investigación y desarrollo, finanzas y de recurso humano. Y estos se deben de iniciar en los procesos internos de las compañías de tal manera que aporten a la cadena de valor de los clientes mediante la suma y combinación de procesos de innovación operativa [9-11].

La innovación generalmente ha sido vinculada con la tecnología, pero estudios recientes también menciona que existen otro tipo de innovación no llamada tecnología "innovación Organizacional y de Marketing", podemos decir que la innovación es la implementación de un nuevo o mejorado producto o servicio, proceso o un nuevo método organizacional como practica de negocio, organización de trabajo o relaciones externas; que se lleva a cabo mediante un proceso creativo de desarrollo, producción,

comercialización y difusión de nuevos mejores procesos, productos y servicios.

Por lo tanto, las estrategias organizacionales papel juegan un importante desarrollar para internamente ideas creativas, proyectos, invenciones o mejoras, para que posteriormente resulten en lanzamientos comerciales que garanticen un éxito en el mercado [12].

### 1.1. Capacidad tecnológica

El "estatus tecnológico" de una empresa [13], está estrictamente relacionado con los conceptos de competencias y capacidades tecnológicas. Las competencias a menudo se entienden como una serie de procesos o actividades, o alternativamente, como un potencial o calificación para realizar actividades, que pueden agregar valor a los productos y procesos.

La noción de capacidad se considera en cambio como el resultado de las competencias internas V de la acumulación individual y colectiva de procesos de aprendizaje adaptativo y nuevos conocimientos dentro de un marco socioeconómico y ambiental. Por otro lado, las capacidades tecnológicas deben considerarse como los resultados de los procesos de aprendizaje flexibles interacción entre la actores y heterogéneos con diferentes competencias, que están listos para ser incorporados a nuevos productos y procesos.

Sobre la base de estos conceptos, podemos decir que el "status tecnológico" de una empresa puede asumir tres características: presencia de





competencias tecnológicas, presencia de capacidades tecnológicas, firmas inactivas [14].

### 1.2. Sistemas de información

La productividad se define como eficiencia y rica rentabilidad; es de hecho una relación entre las entradas y los puestos de salida y los resultados y la devoción de los empleados y a veces se conoce como salida. Los sistemas de información se distribuyen ampliamente hoy en día; ha cubierto una amplia área de nuestra vida social. En realidad, se considera como una revolución que penetró incluso en las organizaciones. Esta penetración fue grandes de beneficios dimensiones en las organizativas.

Por lo tanto, todos los empleados de la organización deberían contar con estos equipos para mejorar su productividad favorita. La importancia de la información y los datos actualizados es clara el tiempo que vemos su papel como la herramienta más eficaz para la planificación y la formulación de políticas. Al utilizar simplemente estos sistemas inteligentes, la eficiencia óptima de los recursos humanos y los recursos no humanos es visible mediante un plan bien organizado [15].

La productividad se puede dar por diversos factores, como, el empoderamiento de los empleados, el apoyo organizacional, la cultura de la organización, las estructuras y los principios y la creatividad en una organización. El papel de los sistemas de información puede describirse como el ritmo de los cambios y revoluciones a nivel internacional, las organizaciones motivadas a representar una perspectiva estratégica de su futuro para que puedan tener éxito en el campo de batalla internacional de competitividad.

Hoy en día, organizaciones y empresas y empresas privadas o públicas han invertido en el sistema de información y en su implementación. De hecho, los sistemas de información mejoran la función de los empleados. Los sistemas información meioran de el funcionamiento de las organizaciones a través del acceso organizado a los datos y la posibilidad de disfrutar de un mapa informatizado completo; estos mapas computarizados funcionan como redes de conocimiento entre organizaciones que están evidentemente vinculadas a la productividad y la eficiencia en las organizaciones [16].

# 1.3. Flexibilidad laboral y capital humano

Investigaciones previas han demostrado que la flexibilidad interna y funcional, es decir, "la capacidad de las empresas para reasignar mano de obra en sus mercados laborales internos" [17], lo que refleja el uso de prácticas de trabajo flexibles puede promover la acumulación de conocimiento tácito y aumentar la creatividad y la innovación.

Combinando conocimientos У habilidades complementarios de empleados nuevos y actuales, una organización puede aumentar sus recursos de capital humano, lo que a su permite le lograr ventajas vez competitivas [18].

La capacidad dinámica permite a una empresa encontrar y utilizar nuevos

recursos que pueden ser una fuente de ventaja competitiva, y la reasignación y convergencia de recursos, además, desempeñan un papel fundamental para que logre una ventaja competitiva al mejorar la potencia responsiva. Además, la capacidad de una empresa para controlar el conocimiento es uno de los factores clave para lograr una ventaja competitiva sostenible [19].

La globalización, la tecnología, las tendencias sociales políticas V cambiantes, los entornos de trabajo cambiantes y las expectativas de los empleados, además de aumentar continuamente las expectativas de los clientes, alimentan la necesidad de "innovar o morir". Se necesitan soluciones innovadoras y creativas a medida que los problemas se vuelven más complejos, las organizaciones se enfrentan a eventos aleatorios e impredecibles, surgen cambios disruptivos en las tecnologías y los procesos y se intensifica la competencia mundial [20].

Preguntas de investigación y objetivos Preguntas de investigación: ¿Cuál es el impacto de los factores estratégicos de productividad y flexibilidad laboral en la innovación en organizaciones de la región?

Objetivo General: Analizar el impacto de los factores estratégicos de productividad y flexibilidad laboral en la innovación en organizaciones de la región.

### **Objetivos Particulares:**

Analizar el impacto las variables capacidad tecnológica y sistemas de

información en el factor productividad.

Analizar el impacto la variable de desarrollo de capital humano en el factor de flexibilidad laboral.

### 2. Metodología

El estudio considera un enfoque mixto cualitativo-cuantitativo, el diseño de la investigación se plantea de tipo no experimental, transaccional. La parte cuantitativa se llevó a cabo levantando encuestas por cuestionario a encargados o personas con perfil de toma de decisiones con más de 3 años en la organización recolectando datos de percepción sobre factores estratégicos que impactan en la innovación organizacional.

Para un mejor análisis se clasificaron las organizaciones a partir de criterios para distinguir los diferentes tipos de empresas por tamaño, sector, número de empleado y rango de monto de ventas anuales. El siguiente criterio fue publicado por la Secretaría de Economía, y será de utilidad para la determinación de la población del estudio. Se consideraron a empresas micro de 6 a 10 empleados, pequeñas de 11 a 50 empleados y medianas de 51 a 100 empleados.

El número de establecimientos de nuestra población de interés en Empresas Mipymes del Sector Industrias manufactureras en Tijuana, Rosarito y Tecate. Se eligieron 20 organizaciones y se realizó encuesta por cuestionario vía correo electrónico.

### 2.1. Sujetos de Estudio

Para el estudio se contemplaron micro, pequeña y mediana empresas del sector



industrial, incluyendo empresas, de las ciudades de Tijuana, Rosarito y Tecate.

La encuesta se aplicó a 34 encargados o personas con perfil de toma de decisiones.

### 2.2. Estimación de tamaño de muestra

Se aplicaron 34 encuestas aplicadas a encargados de empresas del sector de la

Industria Manufacturera., a través cuestionario.

A continuación, se muestra la estimación probabilística para determinar el tamaño de muestra.

### Estimación de tamaño de muestra por muestreo probabilístico:

 $n = ((N)(Z^{2}) (p)(q)) / ((e^{2}) (N-1) + (Z^{2}) (p)(q))$ n: tamaño de muestra N: población Z: 1.645 para un 90% de nivel de confianza P: proporción esperada (en este caso 50% = 0.50) q: 1 - p (en este caso 1-0.50 = 0.50) e: error 14.2%

#### Tamaño de muestra estimado:

 $\mathbf{n} = ((1199) (\llbracket 1.645 \rrbracket^2) (0.5) (0.5)) / ((\llbracket 0.142 \rrbracket^2) (1560-1) + (\llbracket 1.645 \rrbracket^2) (0.5) (0.5)) \\ = 34 \text{ encuestas} \\ \mathbf{N}: \text{ población: } 1199 \text{ establecimientos } (1199 \text{ empresas del sector industrial})$ 

Lo que da un estimado de 34 encuestas para aplicar en Tijuana, Rosarito y Tecate.

Se contactaron a encargados de empresa por método de muestreo no probabilístico, utilizando la técnica de Bola de nieve, los criterios utilizados eran emprendedores que tuvieran más de 3 años de operación en el negocio y que estuvieran en el estado de Baja California, en específico Tijuana, Tecate y Rosarito

### 2.3. Instrumentos de recolección de datos

Los instrumentos de recolección de datos que se utilizan en la presente investigación son encuesta por cuestionario a través de internet.

### 2.4. Procedimiento en la aplicación de instrumentos

Los cuestionarios constarán de preguntas cerradas y abiertas cuyas categorías u opciones de respuestas han sido previamente delimitadas (producto de la prueba piloto aplicada para el mismo).

Para el cuestionario se incluyeron reactivos utilizando la escala Likert, se aplican por vía internet a través de la herramienta Google Form.

El perfil de los encuestados son los propietarios de la empresa, gerentes, y personas encargadas de áreas de mejora de la empresa.



Se realizaron preguntas sobre percepción de desarrollo de capital humano como un indicador de Flexibilidad en la organización, así como la percepción de capacidad tecnológica y sistemas de información como indicadores de Productividad (Figura 1)



organizacional

El análisis estadístico de los datos se realizó con análisis de regresión en Minitab.

### 3. Resultados y Discusiones

Se han distinguido dos líneas de acción para mejorar la eficiencia de los procesos en las primera organizaciones: la es el fortalecimiento de la capacidad tecnológica a nivel operativo y de sistemas de información que ha permitido un aumento de la productividad; y la segunda, el desarrollo del capital humano, el cual da pie a la innovación dentro de la empresa; al integrar estos dos procesos, la productividad aumenta y la flexibilidad organizacional sube.

Un análisis ANOVA de efectos principales nos muestra la relación de efecto de la capacidad tecnológica y sistemas de información sobre el factor estratégico de productividad (Figura 2).



Figura 2. Grafica de efecto de capacidad tecnológica y de sistemas de información sobre la productividad.



Del mismo modo se llevó a cabo un análisis de regresión, obteniendo un

resumen del modelo, coeficientes y una ecuación de regresión.

Resumen del Modelo								
		S	Rcuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)			
		1.32706	74.64%	72.76%	67.72%			
		Coefici	entes					
Término	Coef.	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV			
Constante	0.334	0.629	0.53	0.600				
Capacidad	0.513	0.167	3.07	0.005	2.53			
tecnológica								
Sistemas de	0.458	0.159	2.88	0.008	2.53			
información								

Tabla 1. Resumen del modelo de Productividad

Obteniendo una ecuación de regresión para el factor de Productividad.

Productividad = 0.334 + 0.513 capacidad tecnológica + 0.458 sistemas de información.

.

También se realizó un análisis del factor de desarrollo de capital humano como un indicador de la flexibilidad laboral.



Figura 3. Gráfica de efectos principales para la flexibilidad laboral.



<b>Γabla 2.</b> ANOVA de efectos principales de la relación de efecto de la capacidad tecnológica y sistemas de información sobre
el factor estratégico de productividad.

Análisis de Varianza							
Fuente	GL	SC ajust.	MC ajust.	Valor F	Valor p		
Desarrollo de capital humano	9	88.41	9.823	5.03	0.001		
Error	20	39.06	1.953				
Total	29	127.47					
	Res	sumen del m	odelo				
		S	R-cuad.	R-cuad.	R-cuad.		
				(ajustado)	(pred)		
		1.39742	69.36%	55.57%	*		

Como podemos apreciar la flexibilidad laboral es un componente en la estrategia ya que son la clave para la creatividad y calidad en los procesos [21], identifica dos tipos: la flexibilidad interna; relacionada con la capacidad del recurso humano para realizar diferentes tareas en los procesos productivos y la flexibilidad externa: como capacidad de la empresa para ajustar sus trabajadores a las demandas variadas de los mercados.

### 4. Conclusiones

Algunas de las estrategias de las empresas para mejorar la flexibilidad interna es desarrollar habilidades en los empleados como multihabilidades, multifuncional o polivalencia para facilitar la rotación e impactar directamente a la flexibilidad externa [22]. La esencia de los procesos de innovación es la\_ acumulación de conocimiento, ya que la capacidad creativa de los empleados es lo que permite alcanzar los objetivos organizaciones, apoyadas del uso de tecnologías de la información y comunicación.

Se puede resaltar la implementación de tecnologías blandas como lo es Lean Manufacturing el cual se basa en la innovación de gestión del trabajo en los procesos y en los mecanismos de control interno de la empresa, resultando ser una herramienta que da una visión holística de las operaciones empresariales [23], ya que incorpora técnicas de mejora continua, innovación y flexibilidad de procesos, estas prácticas han sido ampliamente utilizadas por los beneficios que las empresas han conseguido con su implementación, entre las que destacan la mejora de la calidad de los productos, reducción del tiempo de trabajo, sistemas más robustos, mejora de entregas a tiempo, mejora de los ingresos netos, disminución de los costos, mejorar la gestión del conocimiento, reducción de inventarios, mayor flexibilidad, mejor utilización del espacio, reducción de la inversión en herramientas, utilización de las máquinas, mayor concentración de puestos de trabajo y mejora de las competencias [24].

Entre algunas estrategias más relevantes que se identificaron en la investigación son: las capacidades dinámicas, balance score card,



factor humano, flexibilidad laboral, aprendizaje, Lean Manufacturing, diseño en 3D.

Las investigaciones a futuro pretenden profundizar más en los conceptos de capacidades dinámicas, ventaja competitiva, desarrollo de capital humano, capacidad tecnológica y sistemas de información en sectores específicos de la industria, comercio y servicios de la región, y por tamaño de empresa.

### Referencias

- [1] E. J. G. Albarracín and D. G. P. de Lema, "Impact of innovation on the performance of msmes: An empirical study conducted in Colombia," Estud. Gerenciales, vol. 28, no. 122, pp. 11–27, 2012. <u>https://doi.org/10.1016/S0123-</u> 5923(12)70191-2.
- [2] E. Arellano. "Revisión Bibliométrica sobre Administración Estratégica y Estrategia en base de datos Scopus Bibliometrics on strategic management and strategy in Scopus database", 2015. 10.13140/RG.2.1.2367.7200. 2015.
- [3] D. J. Teece, "Dynamic capabilities: a guide for managers," Ivey Bus. J., vol. 75, no. 2, pp. 29–33, 2011. <u>https://notts.rl.talis.com/items/DE49C8C1-9E2B-9FE3-3D11-CA77094F47B5.html</u>.
- M. de L. Álvarez Medina, "Competencias centrales y ventaja competitiva: el concepto, su evolución y su aplicabilidad," Contaduría y Adm., vol. 1, no. 209, pp. 5–22, 2003. <u>https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=39</u>520902.
- [5] H. Chesbrough, "Business Model Innovation: Opportunities and Barriers," Long Range Plann., vol. 43, no. 2, pp. 354– 363, 2010. https://doi.org/10.1016/j.lrp.2009.07.010.
- [6] D. J. Teece, "Business Models, Business Strategy and Innovation," Long Range Plann., vol. 43, no. 2, pp. 172–194, 2010. https://doi.org/10.1016/j.lrp.2009.07.003.

[7] M. Delgado Fernández and F. Castro Díaz Balart, "Innovación tecnológica, estrategia corporativa y competitividad en la industria cubana," Dir. y Organ. Rev. Dir. Organ. y Adm. Empres., vol. 0, no. 22, pp. 14–27, 1999. https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?c

odigo=169902.

[8] M. A. Morales-González and J. L. Pech-Várguez, "Competitividad y estrategia: el enfoque de las competencias esenciales y el enfoque basado en los recursos," Rev. Contaduria y Adm., no. 197, pp. 47–63, 2000.

https://www.biblioteca.org.ar/libros/91537. pdf.

- [9] R. Casadesus-Masanell and F. Zhu, "Strategies to Fight Ad-Sponsored Rivals," Manage. Sci., vol. 56, no. 9, pp. 1484–1499, Jul. 2010. https://doi.org/10.1287/mnsc.1100.1199.
- [10] M. Ferreira, F. Serra, A. Torres, and M. Torres, Administração Estratégica. Elsevier Brasil, 2014. <u>http://redeetec.mec.gov.br/images/stories/p</u> <u>df/proeja/administração\_estrat.pdf</u>
- [11]M. P. Nunes and F. K. Steinbruch, "Internationalization and the need of business model innovation – A theoretical approach," Brazilian Bus. Rev., vol. 16, no. 3, pp. 207–221, 2019. <u>https://doi.org/10.15728/bbr.2019.16.3.1</u>
- [12]M. Díaz Pérez, Y. de Liz Contreras, and S. Rivero Amador, "El factor humano como elemento dinamizador del proceso empresarial en la gestión de la información y conocimiento," Acimed, vol. 20, no. 5, pp. 42–55, 2009. http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci\_ar ttext&pid=S1024-94352009001100004&lng=es&tlng=es.
- [13]S. Iammarino, M. Piva, M. Vivarelli, and N. Von Tunzelmann, "Technological Capabilities and Patterns of Innovative Cooperation of Firms in the UK Regions," Reg. Stud., vol. 46, no. 10, pp. 1283–1301, Nov. 2012. <u>https://doi.org/10.1080/00343404.2012.67</u> 9259
- [14]M. G. Zoia, L. Barbieri, F. Cortelezzi, andG. Marseguerra, "The determinants of

Italian firms' technological competencies and capabilities," Eurasian Bus. Rev., vol. no. 4. pp. 453-476, 2018. https://doi.org/10.1007/s40821-018-0103-

[15]A. Pourhasan Harandi. "The effect of Information technology systems on productivity in Electronic Company of Sistan and Baluchestan Province, Iran", (unpublished Dissertation of M.A. of Management. Economics Collage). University of Sistan and Baluchestan, Iran. 2012.

8.

2.

https://www.ijmae.com/index.php?mod=jo urnalman&act=18&pid=448

- [16] F. Mousavifard, M. Kazemi, and A. Ayoubi, "Employees' Productivity and Automated Information System in Telecommunication Organization in Iran," Int. J. Manag. Account. Econ., vol. 3, no. 3, 2016.
- [17]H. Zhou, R. Dekker, and A. Kleinknecht, "Flexible labor and innovation performance: evidence from longitudinal firm-level data," Ind. Corp. Chang., vol. 20, 941–968, no. 3. pp. Apr. 2011. https://doi.org/10.1093/icc/dtr013
- [18]T. Wang and C. D. Zatzick, "Human Capital Acquisition and Organizational Innovation: A Temporal Perspective," Acad. Manag. J., vol. 62, no. 1, pp. 99–116, Mar. 2018 https://doi.org/10.5465/amj.2017.0114
- [19]K. Lee and J. Yoo, "How does open innovation lead competitive advantage? A dynamic capability view perspective," PLoS One, vol. 14, no. 11, p. e0223405,

Nov.

https://doi.org/10.1371/journal.pone.02234 05

- [20]C. Caldwell and V. Anderson, Competitive Advantage: Strategies, Management and Performance, 1st ed. Nova Science Publishers, Incorporated, 2017. https://novapublishers.com/shop/competiti ve-advantage-strategies-management-andperformance/
- [21]B. Escrig-Tena, J. C. Bou-Llusar, V. Roca-Puig, and L. Beltrán-Martín, "Does management quality drive labour flexibility?," Total Qual. Manag. Bus. Excell., vol. 23, no. 2, pp. 159-176, 2012. https://doi.org/10.1080/14783363.2012.64 7845
- [22]P. T. Preenen, R. Vergeer, K. Kraan, y S. Dhondt. "Labour productivity and innovation performance: The importance of internal labour flexibility practices," Econ. Ind. Democr., p. 0143831X15572836-, 2015. https://doi.org/10.1177/0143831X1557283

6.

- [23]T. Melton, "The Benefits of Lean Manufacturing: What Lean Thinking has to Offer the Process Industries," Chem. Eng. Res. Des., vol. 83, no. 6, pp. 662–673, 2005. https://doi.org/10.1205/cherd.04351
- [24]G. Thomas and M. Thomas, "Lean Thinking," Construction Partnering & Integrated Teamworking. pp. 159-163, 01-Aug-2005.

https://doi.org/10.1002/9780470759660



Este texto está protegido por una licencia CreativeCommons 4.0

Usted es libre para Compartir — copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato — y Adaptar el documento — remezclar, transformar y crear a partir del material—para cualquier propósito, incluso para fines comerciales, siempre que cumpla la condición de:

Atribución: Usted debe dar crédito a la obra original de manera adecuada, proporcionar un enlace a la licencia, e indicar si se han realizado cambios. Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que tiene el apoyo del licenciante o lo recibe por el uso que hace de la obra.

Resumen de licencia - Texto completo de la licencia



### Modelado por elemento finito de la fatiga en engranes de reductores de velocidad con desalineamiento radial y axial

Finite element modeling of fatigue in speed reducer gears with radial and axial misalignment

### José Omar Dávalos Ramírez<sup>®</sup>, Uzziel Caldiño Herrera, Shehret Tilvaldyev, Delfino Cornejo Monroy, David Luviano Cruz<sup>®</sup>

Universidad Autónoma de Ciudad Juaréz, Departamento de Ingeniería Industrial y Manufactura. Av. del Charro no. 450 Nte. Col. Partido Romero CP 32310, Ciudad Juárez, Chihuahua, México.

Autor de correspondencia: José Omar Dávalos Ramírez, Universidad Autónoma de Ciudad Juaréz, Departamento de Ingeniería Industrial y Manufactura, Av. del Charro no. 450 Nte. Col. Partido Romero CP 32310, Ciudad Juárez, Chihuahua, México. E-mail: jose.davalos@uacj.mx. ORCID: 0000-0002-6612-5231

**Recibido:** 12 de Enero del 2020 **Aceptado:** 21 de Marzo del 2020 **Publicado:** 30 de Junio del 2020 **Resumen. -** Este artículo presenta un análisis de fatiga en engranes de reductores de velocidad sometidos a desalineamiento radial y axial. Se empleó el método del elemento finito para el cálculo de los ciclos de vida y del estado de esfuerzos alternantes en los engranes. El desalineamiento se consideró en función del módulo del engrane, M. El desalineamiento radial fue M0.2 y M0.5 y el desalineamiento axial fue M0.2 y M0.3. El mecanismo analizado corresponde a los engranes piñón y rueda de la primera etapa del reductor de velocidad de un vehículo todo terreno. En ambas condiciones de desalineamiento la máxima reducción en los ciclos de vida ocurre en el engrane piñón causados por elevados esfuerzos alternantes a medida que se incrementa el torque. Las variaciones en la zona de contacto entre los dientes debido a los desalineamientos en los engranes provocó concentraciones de esfuerzos en la cara y la raíz del diente.

Palabras clave: Elemento finito; Fatiga de engranes; Desalineamiento radial y axial.

**Abstract.** - This paper presents a fatigue analysis of spur gears belong to speed reducers under radial and axial misalignment. The finite element method was employed to calculate the life cycles and the alternating stress in the spur gears. The misalignment was considered as a function of gear module, M. The radial misalignment was M0.2 and M0.5 and the axial misalignment was M0.2 and M0.3. The analyzed mechanism corresponds to the pinon and gear of the first stage of an all-terrain vehicle speed reducer. In both misalignment conditions, the maximum reduction of life cycles occurs in pinion gear due to high alternating stresses as torque increases. Changes in the contact zone due to gear misalignment cause stress concentrations in the face and root teeth.

Keywords: Finite element; Gear fatigue; Radial and axial misalignment.



#### 1. Introducción

reductores de velocidad Los son mecanismos utilizados en aplicaciones en las que se requiere transmitir movimiento rotacional de un eje conductor a otro conducido, va sea a mayor o menor magnitud. La razón para reducir el movimiento rotacional es aumentar el torque final que se obtiene en el eje conducido. Un medio para lograr la reducción es a través del acoplamiento de un engrane piñón con un engrane rueda. Ambos engranes se encuentran montados en el eje conductor y el eje conducido respetivamente. La relación entre la cantidad de dientes del engrane rueda y el engrane piñón, definen la cantidad de veces que se reduce la velocidad. Durante el acoplamiento entre los engranes, se presentan dos tipos de esfuerzos mecánicos que afectan la integridad estructural de sus dientes: esfuerzos de contacto y de flexión. Los esfuerzos de contacto dañan la superficie del engrane provocando picaduras, mientras que los esfuerzos de flexión se concentran en la raíz del diente causando la aparición de fracturas en dicha zona [1,2]. Durante el proceso de manufactura, así como en el ensamblaje de los engranes dentro del reductor, se provocan desalineamientos en diferentes direcciones que pueden afectar en la magnitud y distribución de los esfuerzos mencionados. desalineamientos Estos favorecen la aparición de grietas y la reducción de sus ciclos de vida útil [3].

Algunos de los efectos del desalineamiento en los esfuerzos en engranes han sido estudiado previamente. Hu y Mao [4] presentaron una investigación experimental para evaluar los efectos del desalineamiento en el desempeño de engranes hechos de material polímero. Encontraron que debido al desalineamiento ocurre un incremento en el desgaste de los dientes de los engranes. Así mismo se presentaron de manera prematura microgrietas en la raíz de los dientes.

Ghazaly et al. [5] estudiaron cambios en el desalineamiento angular y sus efectos en la magnitud de los esfuerzos en dientes de engranes usando el método del elemento finito (MEF) mediante análisis estáticos. Encontraron que, a medida que incrementa ángulo de desalineamiento. el se incrementan los esfuerzos, mientras que, reduciendo la distancia entre centros, estos decrecen. Amani et al. [6] presentaron un estudio para evaluar la influencia de la desviación de la distancia de centros en la interferencia entre engranes rectos. Reportan que el riesgo de interferencia se incrementa a medida que se presenta la desviación de la distancia de centros. También, reportan que a bajas relaciones de transmisión el efecto de la interferencia es más pronunciado. Lias et al. [7)] utilizaron el MEF para analizar la distribución de esfuerzos en dientes de engranes bajo condiciones de desalineamiento axial. Encontraron que la concentración de esfuerzos presenta cambios a medida que se incrementa el ángulo de desalineamiento. Esto puede ocasionar la aparición de vibraciones excesivas. Así mismo presentan el parámetro factor de carga en el diente el cual recomiendan debe ser lo más cercano a 1 para reducir la aparición de grietas prematuras. Li [8] estudió el error de desalineamiento en dientes de engranes con perfil modificado usando análisis por medio del MEF. Encontraron que la rigidez se reduce considerablemente al incrementar el grado de desalineamiento. Así mismo los esfuerzos se incrementan arriba del 30 %. Estos esfuerzos tienden a concentrarse en la



orilla donde el ángulo de desalineamiento es  $0^{\circ}$ .

Los trabajos referenciados en los cuales se ha utilizado el MEF se limitan únicamente a considerar la magnitud y distribución de los esfuerzos. Debido a que la carga en el diente de los engranes se presenta de manera cíclica, es de esperarse que ocurra disminución de vida útil o falla por fatiga debido a la acumulación de ciclos de carga y a la magnitud de esfuerzos que, bajo estas condiciones, se vuelven alternantes.

En este trabajo se plantea un estudio de fatiga para conocer la influencia de desalineamiento axial y radial en la disminución de los ciclos de vida y la

Tabla 1. Propiedades del acero AISI 4130

distribución de esfuerzos alternantes en dientes de engranes acoplados. Los estudios se realizaron por medio de simulaciones del MEF. Los engranes utilizados pertenecen a la primera etapa del reductor de velocidad de un vehículo todo terreno.

### 2. Metodología

Los engranes estudiados en este trabajo pertenecen a la primera etapa de un reductor de velocidad utilizado para transmitir movimiento en un vehículo todo terreno participante en las competencias estudiantiles categoría Baja SAE. El material utilizado en los engranes es acero AISI 4130 cuyas principales propiedades se enlistan en la Tabla 1.

Módulo de elasticidad (GPa)	205
Relación de Poisson	0.29
Densidad (kg/m <sup>3</sup> )	7850
Esfuerzo de fluencia (MPa)	435
Esfuerzo último (MPa)	670

Las dimensiones y características del par de engranes, presentados en la Tabla 2, se obtuvieron de un estudio previo en el cual se realizó la optimización de los dos pares de engranes que componen al reductor [9].

Tabla 2. Características de los engranes del reductor

Relación de transmisión	2.5
Módulo del engrane (mm)	2.5
Ancho del diente (mm)	10
Dientes del piñón	16
Dientes de la rueda	40
Ángulo de presión (°)	20
Relación de contacto	1.68

Los desalineamientos se evaluaron en dirección axial y radial cuya representación se muestran en la Figura 1. Para cada desalineamiento se consideraron dos casos cuya magnitud se definió en función del módulo del engrane M. Las cantidades de desalineamiento axial fueron M0.2 y M0.3, mientras que, para el desalineamiento radial fueron M0.2 y M0.5.



Figura 1. Configuración de engranes, a) modelo base, b) modelo con desalineamiento axial, c) modelo con desalineamiento radial.

El tipo de análisis del MEF que se utilizó para modelar la rotación de los engranes considera el contacto entre superficies para los esfuerzos y deformaciones en los dientes de los engranes. Como primer paso se modelaron las geometrías de los engranes en un software de dibujo asistido por computadora en formato parasolid (.x\_t). El modelo fue discretizado con una malla no estructurada con elementos de tipo hexaédricos. Se refinaron dos dientes por engrane con el fin de no incrementar la densidad de malla resultando en un total de 373040 elementos. El mallado de los engranes se presenta en la Figura 2.



Figura 2. Discretización de los engranes, a) modelo completo, b) acercamiento a la zona de refinamiento.

El modelado del contacto se formuló con el algoritmo Aumentado de Lagrange considerando un contacto sin fricción con tratamiento de interfaz ajustable al contacto entre superficies. Estas condiciones fueron aplicadas en los flancos de los dientes del engrane.

Para conseguir el movimiento de rotación, durante el contacto, se aplicó una carga de velocidad rotacional a ambos engranes. La velocidad de rotación se fijó en 2600 RPM que corresponde a la velocidad en que se alcanza al momento del torque máximo del motor Brigs & Stratton utilizado en las competencias Baja SAE [10]. El torque aplicado fue de 100 Nm considerando una primera reducción proveniente de la transmisión de tipo variable continua del vehículo [10]. Como restricciones de desplazamiento, al engrane piñón se le aplicó un soporte sin fricción, mientras que, en el engrane rueda para asegurar la respuesta al contacto, se utilizó un soporte fijo. Ambas condiciones fueron aplicadas en la cara interna del centro de los engranes.



Figura 3. Aplicación de rotación y momento.

El análisis de fatiga se consideró de altos ciclos por lo que el estudio fue de tipo esfuerzo-vida. La carga se aplicó completamente reversible [11]. Del estudio se calcularon los esfuerzos alternantes y la variación de los ciclos de vida con respecto al torque aplicado para observar la resistencia de los

### 3. Resultados y Discusiones

Los resultados del estudio del acoplamiento de engranes con desalineamientos utilizando el MEF se presentan a continuación. En la Figura 4 se muestra la comparación de los ciclos de vida contra torque en los dientes de este último estudio el torque se varió de 50 a 150 Nm. La curva S-N del material se obtuvo del trabajo reportado por Jeelani y Musial [12].

dientes de los engranes a la fatiga. Para

los engranes piñón y rueda sometidos a desalineamiento radial. En ambos engranes de la geometría base o sin desalineamiento, los dientes sometidos a cargas mayores a los 100 Nm no presentan disminución en su vida útil ya

\$

que la cantidad de ciclos soportados se encuentra en 1 x $10^6$  que es el límite de la curva S-N del material. El límite para que ocurra la falla por fatiga se encuentra cercano a los 120 Nm. En el caso de los engranes que presentan desalineamiento con magnitud M0.2 la falla se presentará con valores de torque de 60 Nm tanto en el piñón como en la rueda. Lo anterior indica una limitada capacidad de carga en caso de ocurrir el desalineamiento radial. A1 incrementarse el desalineamiento а M0.5 se presenta una mayor resistencia a la fatiga ya que en las comparaciones se observa que es este el caso que

soporta un mayor torque sin afectar su vida útil. Lo anterior se debe a que al presentarse el desalineamiento a una magnitud de M0.2, el contacto entre los dientes se da fuera de la región del perfil de involuta del diente, causando lo que se conoce como interferencia. En M0.5 la región de contacto se encuentra cerca de la punta del diente lo que disminuye la transmisión de fuerza del diente del piñón hacia el diente de la rueda influyendo en la reducción de esfuerzos, sin embargo, esa transmisión de fuerza reduce la potencia que se obtendrá a la salida del eje conducido.



Figura 4. Ciclos de vida con desalineamiento radial, a) diente de engrane piñón, b) diente de engrane rueda.

La Figura 5 muestra la comparación de los ciclos de vida contra torque para el caso de desalineamiento axial. En ambos casos es el diseño base quien soporta un mayor torque y a medida que se incrementa el desalineamiento esta resistencia disminuye. A diferencia del desalineamiento radial, en el axial la región de contacto disminuye concentrándose la carga en una menor área, lo que conduce a la reducción de la vida útil de los dientes. Este efecto se presenta de manera más pronunciada en los dientes del engrane piñón que son los que transmiten la carga hacia el engrane rueda.





Figura 5. Ciclos de vida con desalineamiento axial, a) diente de engrane piñón, b) diente de engrane rueda

La distribución de esfuerzos alternantes en el engrane piñón es presentada en la Figura 6. En todos los casos los mayores esfuerzos se concentran principalmente en la zona de la raíz de los dientes. También se observan variaciones en la concentración de esfuerzos que dependen principalmente de los cambios en la zona de contacto que son provocados por el desalineamiento. Para el desalineamiento axial es a las orillas

donde se reduce el esfuerzo debido a la disminución de contacto en esa zona. El desalineamiento radial genera fluctuaciones en los esfuerzos debido al contacto fuera del perfil de involuta de los dientes. sin embargo. al incrementarse a M0.5, la zona de contacto se traslada cerca de la punta del diente lo que provoca una considerable reducción en los esfuerzos alternantes.



**Figura 6**. Esfuerzos alternantes en diente del engrane piñón, a) base, b) axial M0.2, c) axial M0.3, d) radial M0.2, e) radial M0.5

Los esfuerzos alternantes en el diente del engrane rueda son presentados en la Figura 7. La magnitud de los esfuerzos es menor en comparación con el engrane piñón. Con desalineamiento axial los esfuerzos son mayores en la zona de la raíz, mientras que con desalineamiento radial se concentran en el flanco del diente lo que se atribuye a una menor fuerza que se transmite del piñón a la rueda. En la geometría base la huella de esfuerzos se extiende por todo el flanco del diente, mientras que con el



desalineamiento axial se mueve hacia el centro debido al cambio de contacto.



**Figura 7**. Esfuerzos alternantes en diente del engrane rueda, a) base, b) axial M0.2, c) axial M0.3, d) radial M0.2, e) radial M0.5.

#### 4. Conclusiones

En este trabajo se realizó un estudio de fatiga usando el MEF para observar los efectos del desalineamiento axial y radial en los ciclos de vida y en los esfuerzos alternantes de dientes de engranes rectos. Los resultados mostraron una considerable reducción en los ciclos de operación al presentarse el desalineamiento radial debido a que el contacto se presenta fuera del perfil de involuta de los dientes. Al incrementarse el desalineamiento se elimina este efecto sin embargo la transmisión de potencia se vería afectada por tal efecto. La raíz es la zona del diente que más se ve afectada por los esfuerzos, con excepción del engrane rueda con desalineamiento radial en los que se presentan en el flanco del diente. Por su parte en el desalineamiento axial la vida útil se reduce a medida que este incrementa, siendo sus efectos menos significativos. Los engranes rueda son los que menos resienten los efectos del desalineamiento.

### Agradecimientos

Los autores agradecen a la Secretaría de Educación Pública de México a través del Programa para el Desarrollo Profesional Docente por el financiamiento brindado a este proyecto a través del convenio 511-6/18-9518.



#### **Referencias**

[1] A. Jangid and S. Kumar, "Modelling and Simulation Analyses for Bending Stresses in Involute Spur Gears by Finite Element Method," International Journal of Applied Engineering Research, vol. 13, no. 12, pp. 10914-10923, 2018. https://www.ripublication.com/ijaer18/ijaerv13n12 111.pdf.

[2] Q. Wen, Q. Du and X. Zhai, "An analytical method for calculating the tooth surface contact stress of spur gears with tip relief," International Journal of Mechanical Sciences, vol. 151, pp. 170-180, 2019.

https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2018.11.007

[3] J. Eng, S. Karuppanan and S. Patil, "Frictional stress analysis of spur gear with misalignments," Journal of Mechanical Engineering and Sciences, vol. 12, no. 2, pp. 3566-3580, 2018.

https://doi.org/10.15282/jmes.12.2.2018.4.316

[4] Z. Hu and K. Mao, "An investigation of misalignment effects on the performance of acetal gears," Tribology International, vol. 116, pp. 394-402, 2017.

https://doi.org/10.1016/j.triboint.2017.07.029

[5] N. Ghazaly, A. Kamel and M.O. Mousa, "Influence of misalignment and backlash on spur gear using fem," International Journal of Mechanical and Production Engineering, vol. 2, no. 12, 2014. https://www.semanticscholar.org/paper/INFLUENC E-OF-MISALIGNMENT-AND-BACKLASH-ON-SPUR-GEAR-Ghazaly-

KAMEL/e9066a5e1f15c0d53b605813767c597e4d0 99472.

[6] A. Amani, V. Spitas and C. Spitas, "Influence of centre distance deviation on the interference of a spur gear pair," International Journal of Powertrains, vol. 4, no. 4. 2015.

https://doi.org/10.1504/IJPT.2015.073785

[7] M.R. Lias, T.V. Rao, M Awang and M.A. Khan, "The Stress Distribution of Gear Tooth Due to Axial Misalignment Condition," Journal of Applied Sciences, vol. 12, no. 23, pp.- 2404-2410, 2012. https://doi.org/10.3923/jas.2012.2404.2410

[8] S. Li, "Effects of misalignment error, tooth modifications and transmitted torque on tooth engagements of a pair of spur gears," Mechanism and Machine Theory, vol. 83, pp. 125-136.

https://doi.org/10.1016/j.mechmachtheory.2014.09. 011

[9] C. Campos, J.O. Dávalos, D. Cornejo and A. Villanueva, "Optimización del diseño de los engranes del reductor de un vehículo todo terreno," Mundo Fesc, vol. 9, no. 18, pp. 16-23, 2019. https://www.fesc.edu.co/Revistas/OJS/index.php/m undofesc/article/view/443.

[10] Brigs & Stratton (2019, Dec 15) Racing engines model 19 [Online]. Available: https://www.briggsracing.com/racingengines/model-19

[11] P.K. Purushottam, J. Rangaraya, C Tara and D. Sameer, "Life prediction of spur gear under fully reversed loading using total life approach and crack initiation method in FEM," Aksaray University Journal of Science and Engineering, vol. 3, no. 2, pp. 82-98. 2019.

https://doi.org/10.29002/asujse.498344.

[12] S. Jeelani and M. Musial, "A study of cumulative fatigue damagein AISI 4130 steel," Journal of Materials Science, vol. 21, pp. 2109-2113, 1986.

https://doi.org/10.1007/BF00547954



Este texto está protegido por una licencia CreativeCommons 4.0

Usted es libre para Compartir — copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato — y Adaptar el documento — remezclar, transformar y crear a partir del material—para cualquier propósito, incluso para fines comerciales, siempre que cumpla la condición de:

Atribución: Usted debe dar crédito a la obra original de manera adecuada, proporcionar un enlace a la licencia, e indicar si se han realizado cambios. Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que tiene el apoyo del licenciante o lo recibe por el uso que hace de la obra.

Resumen de licencia - Texto completo de la licencia



### Síntesis de película delgada de microesferas abiertas de nanovarillas de TiO<sub>2</sub> aplicado como sensor electroquímico de Hg<sup>2+</sup>

Thin film synthesis of open microspheres of  $TiO_2$  nanorods applied as an  $Hg^{2+}$  electrochemical sensor

Hinostroza Mojarro Juan José<sup>1</sup><sup>(b)</sup>, Ruiz Ramírez Mirza Mariela<sup>1</sup><sup>(b)</sup>, Silva Carrillo Carolina<sup>2</sup><sup>(b)</sup>, Félix Navarro Rosa María<sup>2</sup><sup>(b)</sup>, Valle Trujillo Paul Antonio<sup>1</sup><sup>(b)</sup>, Trujillo Navarrete Balter<sup>1</sup><sup>(b)</sup>

<sup>1</sup>Tecnologico Nacional de México/I.T. Tijuana/Posgrado en Ciencia de la Ingeniería, Blvd. Alberto Limón Padilla s/n. Col. Otay Tecnológico, Tijuana, B.C. 22510, México. <sup>2</sup>Tecnológico Nacional de México/I.T. Tijuana/ Centro de Graduados e Investigación en Química

**Autor de correspondencia:** Trujillo Navarrete Balter, Centro de Graduados e Investigación en Química, Tecnológico Nacional de México/I.T. Tijuana/Posgrado en Ciencia de la Ingeniería, Blvd. Alberto Limón Padilla s/n. Col. Otay Tecnológico, Tijuana, B.C. 22510, México. e-mail: <u>balter.trujillo@tectijuana.mx</u>. ORCID 0000-0002-0196-1001.

Recibido: 15 de Septiembre del 2019 Aceptado: 15 de Mayo del 2020 Publicado: 30 de Junio del 2020

**Resumen.** - *El mercurio* (*Hg*) *es uno de los contaminantes más tóxicos, se ha convertido en una amenaza seria para la salud humana y el ambiente. Su exposición, produce efectos tóxicos graves en seres vivos, afectando los sistemas: nervioso, digestivo e inmunitario, y otras partes del organismo. El impacto ambiental es significativo y requiere la atención de todas las partes involucradas. Por esta razón, el desarrollo de métodos analíticos para la detección de bajas concentraciones de Hg en diferentes muestras es un asunto de interés científico. Actualmente, el uso de óxido de titanio (TiO<sub>2</sub>) ha revolucionado diversos campos generando nuevas aplicaciones tecnológicas. El área de sensores no ha quedado ajena a esta revolución debido a las propiedades de este material. En este trabajo de investigación, se da a conocer el desarrollo de un sensor electroquímico novedoso para la determinación de ultratrazas de mercurio en agua, a partir de nano-flores de TiO<sub>2</sub> orientados. La síntesis del material se realizó sobre un sustrato de carbono (grafito) por el método hidrotérmico. La determinación de Hg<sup>2+</sup> en agua fue realizada mediante voltamperometría cíclica y de pulso diferencial. Las pruebas electroquímicas del sensor mostraron una sensibilidad, selectividad y estabilidad alta, así como un amplio intervalo de detección en ppb.* 

Palabras clave: TiO<sub>2</sub>; Nanovarillas; Sensor; Electroquímico; Mercurio.

**Abstract.** - Mercury (Hg) is one of the most toxic pollutants, it has become a serious threat to human health and the environment. Its exposure produces serious toxic effects in living beings, affecting the nervous, digestive and immune systems, and other parts of the organism. The environmental impact is significant and requires the attention of all the parties involved. For this reason, the development of analytical methods for the detection of low concentrations of Hg in different samples is a matter of scientific interest. Currently, the use of titanium oxide (TiO<sub>2</sub>) has revolutionized several fields generating new technological applications. The area of the sensors has not been alien to this revolution due to the properties of this material. In this research work, the development of a novel electrochemical sensor for the determination of ultratraces of mercury in water, from oriented nano-flowers of TiO<sub>2</sub> is disclosed. The synthesis of the material was carried out on a carbon substrate (graphite) by the hydrothermal method. The determination of Hg<sup>2+</sup> in water was made by cyclic voltammetry and differential pulse. The electrochemical tests of the sensor showed high sensitivity, selectivity and stability, as well as a wide range of detection in ppb.

Keywords: TiO<sub>2</sub>; Nanorods; Sensor; Electrochemical; Mercury.



### 1. Introducción

Los metales pesados  $(M^{n+})$ son componentes de la corteza terrestre. Por definición, son aquellos elementos químicos que superan por lo menos cinco veces la densidad del agua. Algunos de estos elementos son: cobre (Cu), estaño (Sn), hierro (Fe), cadmio (Cd), mercurio (Hg), plomo (Pb), arsénico (As) y cromo (Cr), entre otros. Los cuales no pueden ser degradados o destruidos. En general, se les considera perjudiciales, ya que alteran la salud humana, excepto aquellos elementos esenciales en nuestra dieta, realizando una función fisiológica [1]. El desarrollo industrial y tecnológico, el consumo masivo y la generación de residuos urbanos han provocado la presencia de en el ambiente. Estos suelen  $M^{n+}$ incorporarse al cuerpo humano vía alimentos, agua y aire.

Uno de los M<sup>n+</sup> más utilizados en la industria es el mercurio. El cual es un metal con propiedades interesantes, con baja conductividad térmica y conductividad eléctrica aceptable. Por estas características, ha sido utilizado en lámparas e instrumentos de medición, en la fabricación industrial productos de catalizadores, fungicidas, químicos. herbicidas, pigmentos e incluso drogas [2]. El inconveniente principal del Hg es su toxicidad alta, donde una dosis baja se acumula en órganos como, p. ej., el hígado, el cerebro y el tejido óseo, enfermedades causando como insuficiencia renal, trastornos del sistema nervioso, deterioro intelectual, e incluso la muerte. La Secretaría del Medio Ambiente y Recursos Naturales (SEMARNAT), establece en la NOM- 127-SSA1-1994 los límites máximos permisibles (LMP) de Hg

 $(2 \mu g/L)$  en el agua para consumo humano [3]. Es por esto, la necesidad de contar con dispositivos capaces de detectar concentraciones trazas que sirvan en el monitoreo de agua potable y residual.

En la actualidad existen varios métodos analíticos para la determinación de este contaminante como: espectroscopía de adsorción atómica, espectrometría de acoplamiento masas plasmáticas de inductivo, entre otras, pero son técnicas muy costosas y poco sensibles. Una alternativa es implementar sensores electroquímicos, que ofrecen muchas ventajas como: alta sensibilidad, buena selectividad, medición rápida y simple, además de ser rentable por su bajo costo de producción [4]. Los sensores electroquímicos están compuestos por un sistema de reconocimiento que interactúa con el analito de interés, al interactuar se genera un cambio, este cambio lo transforma el traductor a una señal eléctrica medible [5]. La composición de un sensor puede ser variable dependiendo del analito a medir, uno de los materiales con propiedades atractivas para utilizarse son los óxidos semiconductores como el óxido de titanio (TiO<sub>2</sub>).

El TiO<sub>2</sub> debido a su excelente estabilidad química y fotoquímica es un candidato idóneo para utilizarse en distintas áreas, además no es toxico, de bajo costo y fácil de sintetizar [6]. Sin embargo, aún no se ha explorado a detalle el potencial uso como sensor. La exposición de planos cristalinos de ciertas morfologías podría incrementar su selectividad y sensibilidad dotándole de un rol principal en la determinación de compuestos.



En el presente trabajo, películas delgadas microesferas de estructuradas jerárquicamente de nanovarillas de TiO<sub>2</sub> fase rutilo abiertas con forma tipo flor sintetizadas por el método hidrotérmico. Variando el tiempo de síntesis para obtener espesores de película delgada. Las cuales fueron caracterizadas por microscopia electrónica de barrido (MEB), espectroscopia de energía dispersiva, espectroscopia Raman, y difracción de rayos-X (DRX). Las películas fueron evaluadas como electrodos de trabajo para la determinación de Hg<sup>2+</sup> en solución acuosa.

### 2. Metodología

### 2.1. Síntesis de nanomateriales

Todos los productos químicos se usaron tal como se recibieron sin purificación adicional y se compraron a Sigma-Aldrich® y Spectrum®: isopropóxido de titanio (IV) (Ti[OCH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>4</sub>, 99.9%, conocido como TIP), ácido clorhídrico (HCl, 37%) y óxido de titanio (IV) fase rutilo (TiO<sub>2</sub>, 99.9%) como material de referencia. Todas las soluciones se prepararon usando agua calidad MilliQ $\otimes$  (18 M $\Omega$ ).

La síntesis de las nanoestructuras de TiO<sub>2</sub> se realizó por el método hidrotérmico. Se varió el tiempo de síntesis para obtener diversos espesores de película. 0.8 ml de TIP se agregaron a la solución acidulada a temperatura ambiente con agitación magnética constante por 10 min. La solución resultante se transfirió a un vial de teflón colocado dentro de una autoclave de acero inoxidable a 150 °C por x min de tiempo (x = 60, 90, 120 y 150) en un horno de convección. Previamente, se colocó un soporte de grafito de  $3.0 \times 0.8$  cm. en el interior del vial de teflón. El producto fue etiquetado en función del tiempo de síntesis.



**Esquema 1**. Metodología para la síntesis de materiales de  $TiO_2$  por el método hidrotérmico y los experimentos electroquímicos.



### 2.2. Caracterización fisicoquímica

La estructura cristalina y morfología de las películas delgadas fueron estudiadas por MEB usando un microscopio electrónico (Tescan, Vega3) operado a 15 kV en modo alta resolución. La composición química determinada elemental fue por espectroscopia de energía dispersiva, empleando un detector de silicio Quantax (Bruker, Nano GmbH). La naturaleza cristalina se estudió utilizando un difractómetro (X'Pert-Pro MPD. Panalytical) operado a 40 kV y 35 mA, equipado con fuente de Cu K<sub> $\alpha$ </sub> (1.54187 A°) y un detector PW3011/20, usando un arreglo de configuración de ángulo de incidencia rasante (GIDRX). Los espectros DRX fueron recolectados en un rango de 15 -  $85^{\circ}$  de  $2\theta$  con un paso de exploración de 0.016° 20. Los cuales fueron procesados usando el software Full-Prof. Espectroscopia Raman fue realizada para completar DRX (Thermo Scientific, SMART DXR) con una longitud de onda ( $\lambda$ ) de excitación de láser de diodo de  $\lambda$  = 780 nm. Los espectros Raman fueron colectados en un rango desde 50 a 3000 cm<sup>-1</sup> y normalizado utilizando el pico de intensidad mayor.

### 2.3. Caracterización electroquímica

Los experimentos electroquímicos se realizaron en un potenciostato/galvanostato (Epsilon<sup>®</sup>, EC). La celda consistió en tres electrodos: (1) electrodo de referencia de Ag/AgCl, (2) varilla de grafito como contraelectrodo y (3) electrodo de trabajo de grafito con un área de 0.25 cm<sup>2</sup> delimitada usando cinta aislante. una Los experimentos se realizaron mediante voltamperometría cíclica (VC) y de pulso

diferencial (PD) en un medio de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1 M como solución electrolítica. Previamente, el medio fue desgasificado usando N<sub>2</sub>. Las mediciones de VC se realizaron en un intervalo de -1.00 a 1.00 V vs. Ag/AgCl con una velocidad de barrido de 50 mV s<sup>-1</sup>. Las mediciones de voltamperometría de pulso diferencial se realizaron con un barrido en dirección anódica desde 0.30 V a 1.00 V vs. Ag/AgCl con una velocidad de barrido de 25 mV s<sup>-1</sup>.

### 3. Resultados

La técnica de MEB reveló que el material creció en la dirección [001], i.e. perpendicular al soporte de grafito. La superficie mostro una cubierta uniforme. Figura 1 exhibe las micrografías de las nanoflores de TiO<sub>2</sub>, a diferentes campos de visión. Figura 1a muestra las nanoflores están constituidas de varias que nanovarillas con un diámetro promedio de 9±0.5 µm y un espesor de 743±20 nm. Así mismo, Figura 1b muestra la superficie expuesta que corresponde al plano (110) de la nanovarilla.



**Figura 1**. Micrografías MEB de nano-flores de  $TiO_2$  fase rutilo. a)  $TiO_2$  32.8 kx, b)  $TiO_2$  a 172 kx.

**Figura 2** muestra las micrografías de las películas de nanoflores de  $TiO_2$  a diferentes tiempos. La película para x = 60

min es prácticamente nula, ya que solo existen núcleos sobre la superficie del grafito (**Figura 2a**). En contraste, x = 90 y 120 min (**Figura 2b y Figura 2c**) muestran el crecimiento de nanoflores. El espesor de la película fue en un intervalo entre 6 – 7µm. Finalmente, la superficie del grafito se saturó de nanoflores para x =150 min, alcanzando un valor de 10±1 µm (**Figura 2d**).



**Figura 2.** Micrografías MEB de películas de nanoflores de  $TiO_2$  sintetizadas a diferentes tiempos: a) 60 min, b) 90 min, c) 120 min y d) 150 min.

**Figura 3** muestra el espectro de una de las nanoestructuras de  $TiO_2$  solamente se observa la presencia de Ti y  $O_2$ , y no muestra presencia de Cl u otra impureza, lo cual indica que las películas están libres de impurezas.



**Figura 3.** Espectroscopia de energía dispersiva de nano-flores de  $TiO_2$  fase rutilo.

**Figura 4** muestra los espectros Raman del TiO<sub>2</sub> comercial, que sirvió como referencia y el material sintetizado. La presencia de cinco picos que pertenecen a los modos activos de TiO<sub>2</sub> fase rutilo (A<sub>1g</sub> + B<sub>1g</sub> + B<sub>2g</sub> + E<sub>g</sub>) confirmando la fase cristalina. Además, el abatimiento de los modos A<sub>1g</sub> y B<sub>1g</sub> puede ser atribuido a la morfología de nanoflores.



Figura 4. Espectro Raman con los modos vibracionales característicos de  $TiO_2$  fase rutilo.



La identificación de las fases cristalinas del material sintetizado se realizó por la técnica de DRX, corroboró la fase cristalina. **Figura 5** se muestra el espectro de x = 150 min, donde los valores 27.5°, 36.1°, 41.3°, 44.2° y 55.5° de 2 $\theta$  (°), donde los planos cristalinos (110), (101), (200), (111), (210), (211) y (220) corresponde a TiO<sub>2</sub> fase rutilo (archivos JCPDS No. 21-1276).



**Figura 5.** Difractogramas DRX de las películas delgadas indicándose los planos cristalinos característicos del TiO<sub>2</sub> fase rutilo.

**Figura 6** muestra las curvas de VC demostrando que los perfiles de potencial para grafito y los electrodos de las películas de  $TiO_2$  son diferentes, lo que sugiere que las condiciones de superficie de los electrodos son diferentes. Las

corrientes de los electrodos de las películas de TiO<sub>2</sub> decrecen con respecto al grafito descubierto como se muestra en la **Tabla 1**, esto podría atribuirse a una capa oxidativa nativa en la superficie de Ti, que bloquea parcialmente la reacción redox de  $Fe(CN)_6^{3-/4-}$ .

Se observa una diferencia de potencial  $(\Delta E)$  de  $\approx 97$  V para el electrodo sin modificar de grafito, mientras que el aumento del espesor de la película de flor de TiO<sub>2</sub>, aumenta la  $\Delta E$ , esto indica que la velocidad de transferencia de electrones disminuye al aumentar el espesor de la película. En la **Tabla 1** se puede observar los valores de x = 60, 90, 120 y 150 min. obtenidos a partir de las curvas de VC.



**Figure 6**. VC del electrodo sin modificar de grafito y modificado con las películas de nanovarillas de TiO<sub>2</sub> en presencia de  $K_2Fe(CN)_6$  5 mM en Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1M. Velocidad de barrido de 50 mV s<sup>-1</sup>.



Grafito         0.097         109         1.07         -           TiO <sub>2-60</sub> 0.102         78         1.15         28           TiO <sub>2-90</sub> 0.105         62         0.97         43	Sensor	<b>ΔΕ(V)</b>	Iap(µA)	IAP/ICP	Porcentaje de inhibición de I <sub>PA</sub> (%)
TiO2-60       0.102       78       1.15       28         TiO2-90       0.105       62       0.97       43	Grafito	0.097	109	1.07	-
TiO2-90     0.105     62     0.97     43       TiO     0.109     58     0.95     47	<b>TiO</b> 2-60	0.102	78	1.15	28
<b>T:O</b> 0.100 50 0.05 47	<b>TiO</b> 2-90	0.105	62	0.97	43
<b>110</b> 2-120 0.108 58 0.95 4/	<b>TiO</b> 2-120	0.108	58	0.95	47
<b>TiO</b> <sub>2-150</sub> 0.120 49 0.93 55	<b>TiO</b> 2-150	0.120	49	0.93	55

Tabla 1. Resumen de características de diferentes películas de nanoflores de TiO<sub>2</sub> y soporte de grafito.

**Figura 7** se muestra las curvas de PD con un barrido en sentido anódico en presencia de diferentes concentraciones de ion  $Hg^{2+}$ (desde una concentración inicial de 0 ppb hasta 150 ppb en incrementos de 10 ppb). Un aumento notable de la corriente es evidente a medida que incrementa la concentración de  $Hg^{2+}$ . En las inserciones de las **Figuras 7** se muestran las curvas de calibración con intervalo lineal para cada una de las películas, donde se obtiene la sensibilidad de cada sensor, así como los intervalos de detección.



Figura 7. Curvas de PD de películas de TiO<sub>2</sub>: a) 60 min, b) 90 min, c) 120 min y d) 150 min.

En la **Tabla 2** se muestran un resumen de los resultados obtenidos de PD. Los resultados sugieren que x = 90 min mostró el mejor desempeño con una sensibilidad de 1.66  $\mu$ A/ppb.

Tabla 2. Valores de sensibilidad de los materiales.
---

Sensibilidad (µA/ppb)	Intervalo de	Coeficiente de		
	detección (ppb)	Correlación (%)		
0.27	50-150	97.55		
1.66	50-150	98.95		
0.97	50-150	97.11		
0.71	40-100	98.20		
	Sensibilidad (μΑ/ppb) 0.27 1.66 0.97 0.71	Sensibilidad (µA/ppb)         Intervalo de detección (ppb)           0.27         50-150           1.66         50-150           0.97         50-150           0.71         40-100		

En base a los resultados obtenidos, se planteó el siguiente mecanismo de reacción para la determinación de Hg<sup>2+</sup> utilizando películas de nanoflores de TiO<sub>2</sub> sobre un electrodo de grafito (Esquema 2). Inicialmente, existe una excitación por parte del TiO<sub>2</sub> debido a la irradiación de luz visible, provocando la transición de los electrones de la banda de valencia a la banda de conducción. Estos electrones reducen el ion Hg<sup>2+</sup> a Hg<sup>0</sup> sobre la superficie de la película de TiO<sub>2</sub>. El barrido anódico oxida el Hg<sup>0</sup> de la superficie y se re-disuelve a  $Hg^{2+}$  hacia el seno de la solución. Este proceso genera un cambio de corriente, observado en CV.



**Esquema 2.** Mecanismo fotoquímico para la determinación de  $Hg^{2+}$  utilizando películas de nanoflores de TiO<sub>2</sub>.

Además, la selectividad del nanomaterial hacia  $Hg^{2+}$  fue evaluada mediante PD. La evaluación se realizó en presencia de iones de metales en un exceso de cinco veces la concentración de  $Hg^{2+}$ .



**Figura 8.** Relación de porcentajes de corriente máxima de  $Hg^{2+}$  en presencia de iones metálicos coexistentes.

**Figura 8** muestra la presencia del ion  $Cd^{2+}$ muestra un decrecimiento en la corriente en la cuantificación de  $Hg^{2+}$ , debido a que el radio iónico de  $Cd^{2+}$  es muy cercano al de  $Hg^{2+}$ . En el caso de la interferencia de los otros iones no se generó un cambio significante en la corriente generada en la detección de  $Hg^{2+}$ .



### 4. Conclusiones

En el presente trabajo, se sintetizaron películas de microesferas estructuradas jerárquicamente de nanovarillas de TiO<sub>2</sub> fase rutilo variando el tiempo de crecimiento de las películas por el método hidrotérmico. La detección de Hg<sup>2+</sup> es dada en los planos cristalinos (110) de las nanovarillas, mostrando una relación directa con el espesor de la película, requiriéndose una monocapa de nanoflores para la determinación de ultra-trazas de Hg<sup>2+</sup> en agua. La presencia de apilamiento no contribuye a la difusión de las especies, decrementando la corriente generada y reduciendo el intervalo de detección de  $Hg^{2+}$ . El sensor electroquímico desarrollado posee una alta sensibilidad y selectividad.

### Agradecimientos

Al Tecnológico Nacional de México por el financiamiento para realizar el proyecto No. 6190.17-P. Al Dr. Francisco Paraguay por todas las facilidades que nos ha proporcionado para los análisis DRX de los nanomateriales obtenidos. CONACYT por la beca otorgada para el estudio de maestría.



### Referencias

[1] F. Londoño-franco, T. Londoñomuñoz, G. Muñoz-garcía, "Los riesgos de los metales pesados en la salud humana y animal". *Biotecnol. en el Sect. Agropecu. y Agroindustrial*, vol. 14, no. 2, pp. 145–153, 2016. <u>https://doi.org/10.18684/BSAA(14)</u> 145-153.

[2] D. Martín-Yerga, A. Costa-García, "Recent Advances in the Electrochemical Detection of Mercury", *Curr. Opin. Electrochem.*, vol. 3, no. 1, pp. 91–96, 2017. https://doi.org/10.1016/j.coelec.2017.06.012.

[3] Norma Oficial Mexicana NOM-127-SSA1-1994, Salud ambiental, agua para uso y consumo humanolimites permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización. http://www.salud.gob.mx/unidades/ cdi/nom/127ssa14.html. [4] Y. Zhou, Y. Yang, X. Deng, G. Zhang, Y. Zhang, C. Zhang, S. Shuang, Y. He, W. Sun, "Electrochemical sensor for determination of ractopamine based on aptamer/octadecanethiol Janus particles", *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 276, pp. 204-210,2018. https://doi.org/10.1016/j.snb.2018. 08.110.

[5] M. Begoña, G. García, C. García, "Los Biosensores Electroquímicos: Herramientas de La Analítica Y Del Diagnóstico Clínico"., vol. 6, pp. 197–222, 2010.

http://hdl.handle.net/10651/11669.

[6] O. Alev, E. Şennik, N. Kılınç, Z. Öztürk, "Gas Sensor Application of Hydrothermally Growth TiO<sub>2</sub> Nanorods", *Procedia Eng.*, vol. 120, pp. 1162–1165, 2015. <u>https://doi.org/10.1016/j.proeng.20</u> 15.08.747.



Este texto está protegido por una licencia CreativeCommons 4.0

*Usted es libre para Compartir — copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato — y Adaptar el documento — remezclar, transformar y crear a partir del material — para cualquier propósito, incluso para fines comerciales, siempre que cumpla la condición de:* 

Atribución: Usted debe dar crédito a la obra original de manera adecuada, proporcionar un enlace a la licencia, e indicar si se han realizado cambios. Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que tiene el apoyo del licenciante o lo recibe por el uso que hace de la obra.

Resumen de licencia - Texto completo de la licencia



### Instrumental system to estimate the turbuce ratio of the air flow in a rigid grid, based on its reduced dynamic order transfer functions matrix

Sistema instrumental para estimar la relación de turbulencia del flujo de aire en una cuadrícula rígida, en función de su matriz de funciones de transferencia de orden dinámico reducido

Ana Marell Arteaga Martínez<sup>1,2</sup>, Eloy Edmundo Rodríguez Vázquez<sup>1,3</sup>, María Elizabeth Rodríguez Ibarra<sup>1,2</sup>, Helen Janeth Zúñiga Osorio<sup>3</sup>, Luis Álvaro Montoya Santiyanes<sup>2,4</sup>

<sup>1</sup>Engineering Center for Industrial Development (CIDESI), National Laboratory for Cooling Technology Research (LaNITeF), Av. Pie de la Cuesta 207, Desarrollo San Pablo, Querétaro, 76250 México.
<sup>2</sup>Universidad TecMilenio, Fudamental Science Department, Camino Real a Humilpan, Corregidora, Querétaro.
<sup>3</sup>Universidad Anáhuac Querétaro, School of Engineering, Quantitative Methods and Fundamental

<sup>3</sup>Universidad Anahuac Querétaro, School of Engineering, Quantitative Methods and Fundamental Science, Circuito Universidades, El Marques, Querétaro.

<sup>4</sup>Universidad Politécnica de Querétaro, School of Engineering, Carretera a los Cues, El Marques, Querétaro.

**Corresponding author**: Dr. Eloy Edmundo Rodríguez Vázquez, Engineering Center for Industrial Development (CIDESI), National Laboratory for Cooling Technology Research (LaNITeF), Av. Pie de la Cuesta 207, Desarrollo San Pablo, Querétaro, 76250 México. E-mail: <u>eloy.rodriguez@cidesi.edu.mx</u>

Recibido: 30 de Junio del 2019Aceptado: 15 de Mayo del 2020Publicado: 30 de Junio del 2020

Abstract. – In words of the cooling technology experts, there is at least a 20-year gap between the nowadays vapor compression based technology for refrigeration, cooling and HVAC, and what we have defined as alternatives technologies. There is also a big amount of scientific effort to endow this vapor compression technology with more degrees of freedom to implement more accurate energy optimization algorithms. In this way, as a first step to get more robust control algorithms in heat interchangers of condenser and evaporators units, authors have developed some instrumentation systems to analyze the behavior of the air flowing through the rigid blades of this kind of devices. This previous effort has been before reported as a complete vibrational modal model for the concerned rigid grid, however; due to its 16 spatially degrees of freedom and its 16th dynamic order, its model re-solution on line while the heat interchanger unit is working is almost impossible with a normal computer. Therefore, to get an algorithm with less computational resource consumption and with the same accuracy than the complete modal model, authors have reported in this document, the implementation of a reduced dynamical order transfer function matrix model. Reduction that as well as it is described is based on the poles averaging and zeros selection, from the set experimental graphs of the frequency spectral magnitude from a set of impact tests (experimental modal testing) performed at LaNITeF-CIDESI. Numerical prediction of the transfer function matrix from the dynamic reduced order

### Revista de Ciencias Tecnológicas. Volumen 3 (2): 106-119.

model have been validated with the experimental spectral. Based on the hypothesis, that due to the incident angle, the resonance spectral vibration is excited by the laminar air flow, while the air flow turbulence does not excite the resonance vibrational spectral, the turbulence ration from the incident air flow has been analyzed from a wind tunnel test. As the main conclusion, authors have developed and validated a new instrumentation system to analyze the turbulence ratio of the air flow incident in a rigid grid, which can be part of a condenser or evaporator unit from a conventional cooling system, by implementing the concerned transfer functions matrix model with reduced dynamic order.

**Keywords:** Vibrational model; Laminar and turbulent air flow; Reduce order transfer functions matrix.

Resumen. - En palabras de los expertos en tecnología de enfriamiento, hay al menos una brecha de 20 años entre la tecnología actual basada en compresión de vapor para refrigeración, enfriamiento y HVAC, y lo que hemos definido como tecnologías alternativas. También hay una gran cantidad de esfuerzo científico para dotar a esta tecnología de compresión de vapor con más grados de libertad para implementar algoritmos de optimización de energía más precisos. De esta manera, como primer paso para obtener algoritmos de control más robustos en intercambiadores de calor de unidades de condensadores y evaporadores, los autores han desarrollado algunos sistemas de instrumentación para analizar el comportamiento del aire que fluye a través de las cuchillas rígidas de este tipo de dispositivos. Sin embargo, este esfuerzo anterior se informó anteriormente como un modelo modal vibracional completo para la grilla rígida en cuestión; Debido a sus 16 grados de libertad espacial y su 16 ° orden dinámico, su redisolución de modelo en línea mientras la unidad de intercambiador de calor está funcionando es casi imposible con una computadora normal. Por lo tanto, para obtener un algoritmo con menos consumo de recursos computacionales y con la misma precisión que el modelo modal completo, los autores han informado en este documento, la implementación de un modelo de matriz de función de transferencia de orden dinámico reducido. Reducción que, como se describe, se basa en el promedio de los polos y la selección de ceros, a partir de los gráficos experimentales establecidos de la magnitud espectral de frecuencia de un conjunto de pruebas de impacto (prueba modal experimental) realizadas en LaNITeF-CIDESI. La predicción numérica de la matriz de la función de transferencia del modelo dinámico de orden reducido se ha validado con el espectro experimental. Según la hipótesis, que debido al ángulo incidente, la vibración espectral de resonancia es excitada por el flujo de aire laminar, mientras que la turbulencia del flujo de aire no excita la espectral vibracional de resonancia, la relación de turbulencia del flujo de aire incidente se ha analizado desde un prueba de túnel de viento. Como conclusión principal, los autores han desarrollado y validado un nuevo sistema de instrumentación para analizar la relación de turbulencia del flujo de aire incidente en una red rígida, que puede ser parte de una unidad de condensador o evaporador de un sistema de enfriamiento convencional, mediante la implementación de la transferencia correspondiente. modelo matricial de funciones con orden dinámico reducido.

**Palabras clave:** Modelo modal vibracional; Flujo de aire laminar y turbulento; Reduzca la matriz de funciones de transferencia de orden.



### 1. Introduction

Several international engineer organizations and company clusters like ASHRAE (American Society for Heating. Refrigeration and Air Conditioning Engineers) (National and ANFIR Association for the Refrigeration Industry Manufactures in Mexico) have reported that product preservation the perishable consumes almost 25% of electric energy [1], therefore; based on the average efficiency reported from the equipment use for the cold chain conservation, in 2016 almost 1 TWh was wasted, magnitude that represents 1,300.00 Million of USD per hour [2].

The cooling technology expert's predictions say that there is at least a 20 years' gap for the commercial consolidation of a new alternative technology for the perishables preservation. Based on this scenario, there is still a big importance to perform several researching efforts focused on the optimization of the conventional technology for refrigeration and air conditioning based on vapor compression [3-5].

In this point, several scientific and technological works have taken place to increase the energetic performance of these conventional cooling systems. Some of them are concentrated on the development and implementation of new materials for the thermal isolation of cooling chambers [6, 7]. Important improvements have also been reported the in alternative cooling technology development field. These developments include the regulation of different physical phenomena, as well as: thermo-acoustics magneto-caloric [8], properties [9] or arrangements of electrothermal devices [10]. However, as it has been reported and as the experts have predicted, these alternative technologies

have not achieved the same thermal load and time response capacity than the actual systems based on the vapor compression refrigeration cycle do [11, 12].

In the same way, to improve the energetic performance of the conventional cooling technology, the control engineering has been involved by trying several strategies, such as: neural networks [13], fuzzy logic [14], or adaptive linear controllers [15 - 18]. All these control algorithms are based on the compressor activation regulation, since there is only one degree of freedom that the conventional cooling technology has for the regulation of its energetic performance.

In order to get more accurate energetic optimization strategies for the conventional cooling systems, heat interchange from the condenser and evaporator units takes importance [17 - 21]. Here is where the scientific proposal of this work is grounded, because it represents the first stage to develop a control algorithm to regulate the heat interchange by monitoring the waveform magnitude from the air flowing in between of the heat interchangers blades with not affection to its thermodynamic performance.

In the next section the fundamentals of the scientific proposal are described by showing the mathematical model hypothesis and its structure. The third section shows the experimental details and the test results for the dynamic characterization of the experimental setup. Finally, in sections four and five the experimental results are analyzed and the conclusions are supported based on these results.

### 2. Dynamic model fundamentals

The proposal for the waveform magnitude estimation for the air flowing through a rigid grid of a heat interchanger unit is based on the vibrational modal model from the set of blades shown on Fig. 1 which is grounded on the lumped mass structure illustrated on Fig. 2. This model has been structured based on the lumped mass hypothesis, and its coefficients come from an experimental modal test, performed at the LaNITeF facilities at CIDESI Querétaro.

The main hypothesis of this proposal is grounded on the strong correlation between the dynamic performance of the air flow in the blades and their vibrational behavior. The purpose of this effort is to know how this correlation can be monitored with an acceptable certainty.

Authors have reported the concerned model for this vibrational structure in its complete

version with a recursive adjustment of its damping coefficients [17]. That version has been considered complete because its dynamical order (16th) is the same than the spatial degrees of freedom [16].



Figure 1. Set of blades used to get the vibrational modal model.



Figure 2. Structural hypothesis for the vibrational modal model.

Due to the computational resources needed to perform this model solution on line while the heat interchanger are working, the 16 degrees of freedom with their 16th

dynamical order is not technologically feasible without a supercomputer behind. Then, authors propose the reduction of the 16 complete dynamical orders to the ones needed depending on the frequency spectral magnitude from their corresponded transfer function. Effort that is documented here.

At the end, the fundamental mathematical structure based on the lumped mass hypothesis gives the dynamic relationship between the forces  $F_{n,m}$  and the output displacements  $x_{a,b}$  defined by a transfer matrix, given by:

$$\begin{bmatrix} x_{1,1}(\omega) \\ x_{1,2}(\omega) \\ \vdots \\ x_{4,3}(\omega) \\ x_{4,4}(\omega) \end{bmatrix} = \frac{1}{P(\omega)} \begin{bmatrix} Z_{(1,1),(1,1)} & Z_{(1,1),(1,2)} & \dots & Z_{(1,1),(4,3)} & Z_{(1,1),(4,4)} \\ Z_{(1,2),(1,1)} & Z_{(1,2),(1,2)} & \dots & Z_{(1,2),(4,3)} & Z_{(1,2),(4,4)} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots & \vdots \\ Z_{(4,3),(1,1)} & Z_{(4,3),(1,2)} & \dots & Z_{(4,3),(4,3)} & Z_{(4,3),(4,4)} \\ Z_{(4,4),(1,1)} & Z_{(4,4),(1,2)} & \dots & Z_{(4,4),(4,3)} & Z_{(4,4),(4,4)} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} F_{1,1}(\omega) \\ F_{1,2}(\omega) \\ \vdots \\ F_{4,3}(\omega) \\ F_{4,4}(\omega) \end{bmatrix}$$
(1)

where:

 $P(\omega)$  is the polynomial of Eigenvalues (poles) of the entire system, and  $Z_{(a,b),(n,m)} = f(\omega)$  is the polynomial of zeros that links the output variable  $x_{a,b}$  with the input variable  $F_{n,m}$ .

## **3.** Experimental characterization of the vibrational model

Both, poles confirmation and zeros location for each transfer function between the

$$G_{(a,b),(n,m)}(\omega) = \frac{Z_{(a,b),(n,m)}(\omega)}{P(\omega)} = \frac{x_{a,b}(\omega)}{F_{n,m}(\omega)}$$
(2)

were graphically identified from the experimental plot of the concerned variables behavior, while a set of impact tests were performed as the fundamental part of the experimental modal test. Fig. 3 shows the impact test setup where the accelerometers and instrumented hammer used are identified. For the reduced dynamical order model, the zeros polynomial order are less than 16, which again it is the most important difference between this reduced model and the complete model, and which avoids over consumption of computational resources for the model solution on line.

output variables  $x_{a,b}$  versus the input variables  $F_{n,m}$ , given by



Figure 3. Experimental setup for the impact test.



Table 1 list the technical characteristics of the equipment used for the impact test experimentation.

Table 1. Technical characteristics of the equipment used.

Description	Accuracy	Model	Manufactured
Accelerometer	10.5 mV/g	M353B17	DCD
Instrumented Hammer	2.25 mV/N	086C03	rCD
Data Acquisition System	NI cDAQ 917	78	National Instruments
Signal Conditioning	NI 9234		National instruments

The spectral responses from some transfer functions from their 256 set of them, are shown on Figs. 4 to 7.



Figure 4. Spectral response of the transfer function magnitude " $G_{(1,1),(1,3)}$ ".



**Figure 5.** Spectral response of the transfer function magnitude " $G_{(2,3),(3,1)}$ ".



**Figure 6.** Spectral response of the transfer function magnitude " $G_{(1,2),(3,4)}$ ".







Figure 7. Spectral response of the transfer function magnitude " $G_{(1,4),(4,4)}$ ".

From the spectral response graphs the poles polynomial was gotten by analyzing the magnitude spectral peaks as well as Fig. 8

shows; therefore based on an average criteria from the 256 impact experiments, this 16th order polynomial was defined as:

$$P(\omega) = (2\pi[1500] - \omega)(2\pi[2400] - \omega)(2\pi[3700] - \omega)(2\pi[4200] - \omega) (2\pi[5300] - \omega)(2\pi[6100] - \omega)(2\pi[6800] - \omega)(2\pi[7900] - \omega) (2\pi[8100] - \omega)(2\pi[9400] - \omega)(2\pi[9600] - \omega)(2\pi[9800] - \omega) (2\pi[10100] - \omega)(2\pi[10900] - \omega)(2\pi[11700] - \omega)(2\pi[12200] - \omega),$$
(3)

In the same graphical criteria, but by analyzing the spectral minimum magnitude as well as it is shown on Fig. 9, in this experimental case for each transfer function the concerned zeros were defined as well as they are listed on Table 2.

Table 2. Model zeros list.

	Z1	Z2	Z3	Z4	Z5	Z6	Z7	Z8	Z9	Z10	Z11	Z12
Z(1,1)(1,1)	950	2500	3600	5300	7200	8300	9000	9600	10400	11300	12100	12600
Z(1,1)(1,2)	850	1950	3100	3800	5000	9300	99000	10000				
Z(1,1)(1,3)	1000	2000	3400	4400	7100	8900	10100	11800				
Z(1,1)(1,4)	850	2100	3500	5900	7300	10100	11400					
Z(1,1)(2,1)	750	2600	3700	5300	6600	7500	8300	9200	10500			
Z(1,1)(2,2)	800	2100	5300	6700	8600	9200	10400	11500				
Z(1,1)(2,3)	900	3100	5000	7200	8400	10200						
Z(1,1)(2,4)	900	2000	3100	5200	6900	8300	9700					
Z(1,1)(3,1)	800	4100	6300	7200	9300	10500						
$Z_{(1,1)(3,2)}$	900	4300	7000	8300	10100							
Z(1,1)(3,3)	850	2900	5200	7300	10000	11300						
$Z_{(1,1)(3,4)}$	3800	6500	7100	9800	11300	12100						
Z(1,1)(4,1)	4000	6200	7300	8400	9200	12000						
Z(1,1)(4,2)	900	3900	5500	7100	9800							
$Z_{(1,1)(4,3)}$	3900	5300	7100	10100								
Z(1,1)(4,4)	4200	7000	9300	12100								





Figure 8. Graphical identification of the transfer function poles.



Figure 9. Graphical identification of the transfer fuction zeros.

The poles and zeros values estimation reported on Ec. 3 and Table 2 are similar than the ones estimated by the authors before, by applying others experimental techniques [17]. The bandwidth of the spectral range starts at 800 Hz and goes to 12600 Hz, because of the accelerometers limitations.

The transfer function response from an impulse input vector was simulated to compare the experimental data from the modal test with the numerical prediction in the frequency dominium. Based on the results plotted on Fig. 10 to 13, the simulation results are strongly accepted.



## 4. Air flow correlation and the model tuning

After the transfer function validation through its simulation and comparison with

the experimental results, the set of blades shown on Fig. 1, was tested on a wind tunnel as it is illustrated on Fig. 14, with a set of air flow profiles with different turbulence ratio. The experimental results from the wind tunnel test are reported on Table 3.



Figure 10. Spectral comparison between transfer function simulation and experimental results from " $G_{(1,1),(1,3)}$ ".



Figure 11. Spectral comparison between transfer function simulation and experimental results from " $G_{(2,3),(3,1)}$ ".





Figure 12. Spectral comparison between transfer function simulation and experimental results from " $G_{(1,2),(3,4)}$ ".



Figure 13. Spectral comparison between transfer function simulation and experimental results from " $G_{(1,4),(4,4)}$ ".





Figure 14. Experimental setup from the wind tunnel test".

**Table 3.** Summary of results from the wind tunnel test.

<b>Turbulence Ratio</b>	<b>Resonance Vibrations RMS</b>	Not Resonance Vibrations RMS
10 %	30.7 m/s <sup>2</sup>	$5.0 \text{ m/s}^2$
30 %	$24.2 \text{ m/s}^2$	$7.8 \text{ m/s}^2$
70 %	$19.6 \text{ m/s}^2$	$10.4 \text{ m/s}^2$

Resonance vibrations RMS and not resonance vibrations RMS values have been reported, because the hypothesis to analyze the turbulence ratio is based on the fact that due to the incident angle of the laminar air flow, it excites the resonance vibrations, while the not resonance vibrations are excited by the air flow turbulence.

### 5. Conclusions

By analyzing the plots from Figs. 10 to 13, the transfer function matrix from Ec. 1 has been experimentally validated, therefore; the dynamic order reduction from the complete model with 16 spatial degrees of freedom and 16th dynamic order, to the reduced model with the dynamic order defined by the zeros listed on Table 2, works correctly. Another fact that can be added to the last paragraph statement is that the transfer function matrix predicts the poles from Ec. 3 and zeros from Table 2, so that the spectral peaks that were not considered and taken out from the numerical prediction of Ec 1, are taken in account as notresonance response of the vibrational

model. Table 3 shows in certain level, the validation of the hypothesis which is based on the fact that due to the incident angle of the laminar air flow, it excites the resonance spectra from the set of blades, and the air flow turbulence excites the corresponded not resonance spectra. At the end, authors developed have and validated an instrumentation system that can predict the relationship between the laminar and turbulence air flow, incident in a set of blades. Specifically, in this case from a turbo-compressor stator, but than can be also implemented in heat interchangers grids from condenser or evaporators units from cooling systems, which works based on the vapor compression cooling cycle.



### Acknowledgment

Authors thank CONACYT for the support through the Scholarships No. 906807 and 903766 and by the National Laboratories Program Project No. 299090 from the National Laboratory for Cooling Technology Research (LaNITeF). Thanks, are extended to the School of Engineering of the Anahuac University of Querétaro and to the LaNITeF from the Engineering Center of Industrial Development (CIDESI).

### References

- M. Ponmurugan, M. Ravikumar, and A. Sundaramahalingam, "A review on utilization of waste heat from domestic refrigerator," Int. Conf. Mater. Manuf. Mach. 2019, vol. 2128, no. May 2015, p. 050015, 2019. <u>https://doi.org/10.1063/1.5117987</u>
- [2] Global electricity prices in 2018, by selected country (in U.S. dollars per kilowatt hour). <u>https://www.statista.com/statistics/263263/elec</u> <u>tricity-prices-in-selected-countries/.</u>
- G. D. Librado, L. Alvaro, M. Santiyanes, and [3] H. G. Cuatzin, "Dynamic Behavior Model for Cooling System Based on Vapor Compression Experimental Analysis and Simulation Validation Grounded on a Reduced Order Differential Equation with Few Degrees of Freedom," in ICONS 2018: The Thirteenth International Conference on Systems, 2018, no. c. 57-62. pp. https://www.thinkmind.org/download.php?arti cleid=icons 2018 4 20 48003
- K. Talukdar, "Modeling of Solar Photovoltaic Assisted Vapor Absorption Refrigeration System for Running an Ice Factory," IOSR J. Mech. Civ. Eng., vol. 14, no. 03, pp. 60–69, 2017. <u>https://doi.org/10.9790/1684-1403016069</u>
- [5] The Vapor Compression Refriferation Cycle, Step by Step, Araner, February 2018, <u>https://www.araner.com/blog/vapor-</u> <u>compression-refrigeration-cycle/</u>
- [6] M. Ahmad, A. Bontemps, H. Sallée, and D. Quenard, "Thermal testing and numerical simulation of a prototype cell using light wallboards coupling vacuum isolation panels

Part of the result reported in this paper from project comes the VINCULACIÓN/2018/02 developed by CIDESI and WALWORTH México with support of COMECYT the by the PROGRAMA PARA LA VINCULACIÓN DE EMPRESAS DEL ESTADO DE MÉXICO CON INSTITUCIONES DE EDUCACIÓN SUPERIOR Y CENTROS DE INVESTIGACIÓN.

and phase change material," Energy Build., vol. 38, no. 6, pp. 673–681, 2006. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2005.11.002

- H. Binici, O. Aksogan, M. N. Bodur, E. Akca, and S. Kapur, "Thermal isolation and mechanical properties of fibre reinforced mud bricks as wall materials," Constr. Build. Mater., vol. 21, no. 4, pp. 901–906, 2007. <u>https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.11.</u> 004
- [8] S. L. Garrett, J. A. Adeff, T. J. Hofler, S. L. Garrett, J. A. Adeff, and T. J. Hoflers, "Thermoacoustics refrigerator for space application," J. Thermophys. Heat Transf., vol. 7, no. 4, pp. 595–599, 1993. https://doi.org/10.2514/3.466
- P. Gorria, J. L. Sánchez Llamazares, P. Álvarez, M. J. Pérez, J. Sánchez Marcos, and J. A. Blanco, "Relative cooling power enhancement in magneto-caloric nanostructured Pr2Fe17," J. Phys. D. Appl. Phys., vol. 41, no. 19, pp. 1–5, 2008. <u>https://doi.org/10.1088/0022-</u> 3727/41/19/192003
- [10] T. Moulton and G. K. Ananthasuresh, "Micromechanical devices with embedded electro-thermal-compliant actuation," Sensors Actuators, A Phys., vol. 90, no. 1–2, pp. 38–48, 2001. <u>https://doi.org/10.1016/S0924-4247(00)00563-X.</u>
- [11] M. S. Layton and J. O'Hagan, Comparison of Alternate Cooling Technologies for California Power Plants:Economic, Environmental and Other Tradeoffs, 1st ed., vol. 2. Sacramento, California, 2002. <u>http://large.stanford.edu/courses/2018/ph241/d</u> <u>uboc2/docs/AR-1167.pdf</u>.

- [12] 2do Seminario Internacional del LaNITeF 2017, Publicaciones del Laboratorio Nacional de Investigación en Tecnologías del Frio, ISBN: 2594-2142X, Vol. 1, No. 2, 2017. <u>https://www.cidesi.com/lanitef/index.html</u>.
- M. Sakawa and T. Matsui, "Heat load prediction in district heating and cooling systems through recurrent neural networks," Int. J. Oper. Res., vol. 23, no. 3, pp. 284–300, 2015. https://doi.org/10.1504/IJOR.2015.069623
- [14] A. Marwanto and S. Alifah, "Control of Air Cooling System Based on Fuzzy Logic," J. Telemat. Informatics, vol. 6, no. 1, pp. 63–70, 2018. https://doi.org/10.12928/jti.v6i1.
- [15] E. E. Rodríguez-Vázquez, "Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica," Rev. Int. Investig. e Innovación Tecnológica, vol. 5, no. 30, pp. 1–9, 2018. <u>https://doi.org/10.19053/20278306.v9.n2.2019</u> .9154
- [16] M. Stadler, W. Krause, M. Sonnenschein, and U. Vogel, "Modelling and evaluation of control schemes for enhancing load shift of electricity demand for cooling devices," Environ. Model. Softw., vol. 24, no. 2, pp. 285–295, 2009. https://doi.org/10.1016/j.envsoft.2008.07.003.
- [17] H. J. Zúñiga, E. E. Rodríguez, L. A. Montoya,I. Mejia, C. Sandoval, "Vibrational modal

model for a compressor blade," Rev. Int. Investig. e Innovación Tecnológica, vol. 7, no. 41, pp. 1–17, 2019. <u>https://riiit.com.mx/apps/site/idem.php?modul</u> <u>e=Catalog&action=ViewItem&id=5039&item</u> \_id=85353&id=5039.

- [18] G. Xu, J. Zhou, H. Geng, M. Lu, and W. Cheng, "Unbalance response analysis of the circumferential tie-rod combined rotor considering different support," in 2014 IEEE International Conference on Mechatronics and Automation, 2014, pp. 1323–1328. https://doi.org/10.1109/ICMA.2014.6885891
- [19] A. Saxena, M. Chouksey, and A. Parey, "Effect of mesh stiffness of healthy and cracked gear tooth on modal and frequency response characteristics of geared rotor system," Mech. Mach. Theory, vol. 107, no. September 2016, pp. 261–273, 2017. https://doi.org/10.1016/j.mechmachtheory.2016.10.006
- [20] B. Hu and H. Gharavi, "A Fast-Recursive Algorithm for Spectrum Tracking in Power Grid Systems," IEEE Trans. Smart Grid, vol. 10, p. 10.1109/TSG.2018.2813881, 2018. https://doi.org/10.1109/TSG.2018.2813881.



Este texto está protegido por una licencia CreativeCommons 4.0

Usted es libre para Compartir —copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato — y Adaptar el documento —remezclar, transformar y crear a partir del material— para cualquier propósito, incluso para fines comerciales, siempre que cumpla la condición de:

Atribución: Usted debe dar crédito a la obra original de manera adecuada, proporcionar un enlace a la licencia, e indicar si se han realizado cambios. Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que tiene el apoyo del licenciante o lo recibe por el uso que hace de la obra.

Resumen de licencia - Texto completo de la licencia





### Dynamics model for the thermal performance from a lyophilization process, based on a complete transfer functions matrix

Modelo dinámico para el rendimiento térmico de un proceso de liofilización, basado en una matriz de funciones de transferencia completa

### Rodríguez-Ibarra María Elizabeth<sup>1,2</sup>, Rodríguez-Vázquez Eloy Edmundo<sup>1,3</sup>, Arteaga-Martínez Ana Marell<sup>1,2</sup>, Narváez-Granados Samantha Lilia<sup>1</sup>, Zúñiga-Osorio Helen Janeth<sup>3</sup>, Villasana-Velázquez Víctor Miguel<sup>4</sup>

 <sup>1</sup>Engineering Center for Industrial Development (CIDESI), National Laboratory for Cooling Technology Research (LaNITeF), Av. Pie de la Cuesta 207, Desarrollo San Pablo, Querétaro, 76250 México.
 <sup>2</sup>Universidad TecMilenio, Fudamental Science Department, Camino Real a Humilpan, Corregidora, Querétaro.
 <sup>3</sup>Universidad Anáhuac Querétaro, School of Engineering, Quantitative Methods and Fundamental Science. Circuito Universidades, El Marques, Querétaro
 <sup>4</sup>Universidad Politécnica de Querétaro, School of Engineering, Carretera a los Cues, El Marques, Querétaro

**Corresponding author**: Dr. Eloy Edmundo Rodríguez Vázquez, Engineering Center for Industrial Development (CIDESI), National Laboratory for Cooling Technology Research (LaNITeF), Av. Pie de la Cuesta 207, Desarrollo San Pablo, Querétaro, 76250 México. E-mail: <u>eloy.rodriguez@cidesi.edu.mx</u>.

Recibido: 30 de Junio del 2019 Aceptado: 15 de Mayo del 2020 Publicado: 30 de Junio del 2020

Abstract. – During the beginning of the XX century lyophilization was developed as an alternative technology to extend the storage time for fruit and vegetables or other kind of food; however, the energetic consumption of this technology makes it not an option for common food producers, less over for those one that work by the open field cultivation technique. The main energy consumption in a lyophilization systems are the motors from the vacuum pump and from the refrigerant compressors; due to the temperature range needs the lyophilization systems use to have more than one cooling thermodynamic system based on vapor compression. This paper describes an experimental methodology to get a complete state transfer functions matrix, based on the graphical analysis of the concerned transfer functions magnitude spectra. This experimental data came from a set of test performed at the National Laboratory for Cooling Technology Research (LaNITeF) at the Engineering Center for Industrial Development (CIDESI). The intention of this transfer functions matrix is to be applied in a control strategy to then optimize the energetic performance of the concerned lyophilization system. This function transfer matrix is considered complete because there is not a dynamic order reduction considering its degrees of freedom. The transfer functions matrix describes the dynamic relationship between both the inputs variables that describe the energetic consumption of the lyophilization system, and the ambient conditions, as well as the output variables that represent



the dynamical states vector with the variables of interest from the concerned process. The simulation from an experimental scenario worked as the graphical validation of the transfer functions matrix characterized experimentally, so the main conclusion of this scientific work is that this transfer functions matrix can be used as dynamic model to implement control and optimization algorithms.

Keywords: Transfer functions matrix; Thermal performance; Lyophilization process.

Resumen. - Durante el comienzo del siglo XX, la liofilización se desarrolló como una tecnología alternativa para extender el tiempo de almacenamiento de frutas y verduras u otro tipo de alimentos; Sin embargo, el consumo energético de esta tecnología hace que no sea una opción para los productores de alimentos comunes, menos para aquellos que trabajan con la técnica de cultivo en campo abierto. El principal consumo de energía en un sistema de liofilización son los motores de la bomba de vacío y de los compresores de refrigerante; Debido al rango de temperatura que necesitan los sistemas de liofilización para tener más de un sistema termodinámico de enfriamiento basado en la compresión de vapor. Este artículo describe una metodología experimental para obtener una matriz completa de funciones de transferencia de estado, basada en el análisis gráfico de los espectros de magnitud de las funciones de transferencia en cuestión. Estos datos experimentales provienen de un conjunto de pruebas realizadas en el Laboratorio Nacional de Investigación de Tecnología de Refrigeración (LaNITeF) en el Centro de Ingeniería para el Desarrollo Industrial (CIDESI). La intención de esta matriz de funciones de transferencia es aplicarla en una estrategia de control para luego optimizar el rendimiento energético del sistema de liofilización en cuestión. Esta matriz de transferencia de funciones se considera completa porque no hay una reducción de orden dinámico considerando sus grados de libertad. La matriz de funciones de transferencia describe la relación dinámica entre las variables de entrada que describen el consumo energético del sistema de liofilización y las condiciones ambientales, así como las variables de salida que representan el vector de estados dinámicos con las variables de interés del proceso en cuestión. La simulación de un escenario experimental funcionó como la validación gráfica de la matriz de funciones de transferencia caracterizada experimentalmente, por lo que la conclusión principal de este trabajo científico es que esta matriz de funciones de transferencia puede usarse como modelo dinámico para implementar algoritmos de control y optimización.

Palabras clave: Matriz de funciones de transferencia; Rendimiento térmico; Proceso de liofilización.



### 1. Introduction

Because of the cooling speed and load capacity, traditional refrigeration and freezing process based on the vapor compression technologies are the most used alternatives for the perishables products conservation (production, storage, transportation, distribution and exhibition) [3-5].

It is estimated that just in Mexico the 30 % of the food production is wasted because of several issues with the cold chain and refrigeration [1]; and it occurs almost the same with the final availability for the perishable medicine in rest of Latin America [2].

But the wastes from the production of food and medicine is not the only opportunity for refrigeration process; because. the nowadays the temporal cultivation of fruits vegetable through open field and techniques, does not represent a convent opportunities for communities that have this economical access naturally. And the due to the inefficiency of the conventional cooling technology, the producers do not have the opportunity to apply it to extend their market presence by transporting or exporting their products and then increasing their utility [6 INEGI].

It is well known that the natural cooling process into the vapor compression technologies affects the electrochemical properties of food and medicine [6, 7]; so, that, since the beginning of the XX century the lyophilization process appears [8] by being an alternative for the food and medicine preservation process, because its preserves their structural composition by a fast cooling process into a vacuum ambient for the water extraction [9].

Both lyophilization sub-stages mainly defined as the fast cooling and the vacuum ambient are high energy expending process; due to the motors power that move the refrigerant compressors and the vacuum pumps. Therefore, a mathematical model for the dynamic behavior of the thermal and energetic variables from a lyophilization device are proposed, with the intention to use it in future works for the tuning of control algorithms that can optimize this lyophilization process energetic consumption.

The mathematical model for the specific lyophilization process described in this document comes from a state space model, and consists in a transfer function matrix characterized by the spectral response of the thermodynamic variables involved on the concerned process.

All experimental effort and analysis was developed at the National Laboratory for Cooling Technology Research (LaNITeF) at the Engineering Center for Industrial Development (CIDESI), whom is part of the Public Research Centers and the National Laboratories Network form the National Council for Science and Technology (CONACYT).

The lyophilization process modeling is described in this document by starting with the lyophilization process description and



its variables identification in the second chapter. Then the experimental testing of the lyophilization process is documented into the third chapter, and just after it, on section forth the experimental results analysis is. This results analysis works as reference for the conclusions synthesis in the last chapter.

### 2. Lyophilization

Mainly, the lyophilization process consist in three sub-process:

1. "Conduction" to remove most of the food water.

2. "Diffusion stage 1" to consolidate the food electrochemical properties.

3. "Diffusion stage 2" to consolidate the food physical properties.

In general, the food lyophilization consist on its gases solidification by passing through the liquid phase just with the water concentration needed to preserves its original molecular structure [9 - 11].

To clarify the temperature behavior of a lyophilization process, Fig. 1 illustrates the temperature of the cooling chamber from the lyophilization device used on this paper, working with 87.37 grams of fruit load.

Fig. 2 shows the schematic diagram of the lyophilization systems used in this researching work, where it is possible to see that this device consists of two vapor compression refrigeration systems, one for the R-23 refrigerant gas (system 1) and the second one for the R-507a (system 2) refrigerant.



Figure 1. Cooling chamber temperature.





Figure 2. Schematic diagram of the lyophilization device.

Table 1 lists the variables involved in the dynamics model for the lyophilization process, considering the thermodynamic states of the refrigerant gases as the model outputs and as inputs the variables related with both the energetic consumption as well as the ambient conditions.



Variable	Description	Units
$T_{aA1}$	High Temperature at High Pressure on System 1	°C
T <sub>bA1</sub>	Low Temperature at High Pressure on System 1	°C
$T_{bB1}$	Low Temperature at Low Pressure on Systems 1	°C
$T_{aB} = T_{aB1} = T_{aB2}$	Common High Temperature at Low Pressure	°C
$T_{aA2}$	High Temperature at High Pressure on System 2	°C
$T_{bA2}$	Low Temperature at High Pressure on System 2	°C
$T_{bB2}$	Low Temperature at Low Pressure on System 2	°C
T <sub>a</sub>	Ambient Temperature	°C
$P_a$	Atmospheric Pressure	Bar
<i>E</i> <sub><i>c</i>1</sub>	Compressor Energy Consumption System 1	W
$E_{c2}$	Compressor Energy Consumption System 2	W
$E_{bv}$	Vacuum Pump Energy Consumption	W
$E_{fc}$	Heat Source Energy Consumption	W

 Table 1. Lyophilization process model variables.

### 3. Lyophilization dynamics

As it has been clarified the intention of this mathematical model is to be the base of an energetic optimization strategy, by modifying the dynamic response of the described lyophilization system. Then the dynamic model proposed as state space, was defined as:

$$\frac{d}{dt} \begin{bmatrix} T_{aA1}(t) \\ T_{bA1}(t) \\ T_{bB1}(t) \\ T_{aB}(t) \\ T_{aA2}(t) \\ T_{bA2}(t) \\ T_{bB2}(t) \end{bmatrix} = [A]_{7\times7} \begin{bmatrix} T_{aA1}(t) \\ T_{bA1}(t) \\ T_{bB1}(t) \\ T_{aB}(t) \\ T_{aA2}(t) \\ T_{bA2}(t) \\ T_{bB2}(t) \end{bmatrix} + [B]_{7\times6} \begin{bmatrix} E_{c1}(t) \\ E_{c2}(t) \\ E_{bv}(t) \\ E_{fc}(t) \\ T_{a}(t) \\ P_{a}(t) \end{bmatrix},$$
(1)

where *A* and *B* are the dynamics matrix and the input matrix respectively, then applying

the Fourier transfer and by solving for the state vector, we have:



$$\begin{bmatrix} T_{aA1}(\omega) \\ T_{bA1}(\omega) \\ T_{bB1}(\omega) \\ T_{aB}(\omega) \\ T_{aA2}(\omega) \\ T_{bA2}(\omega) \\ T_{bB2}(\omega) \end{bmatrix} = [j\omega[I]_{7\times7} - [A]_{7\times7}]^{-1} \begin{bmatrix} E_{c1}(\omega) \\ E_{c2}(\omega) \\ E_{b\nu}(\omega) \\ E_{fc}(\omega) \\ T_{a}(\omega) \\ P_{a}(\omega) \end{bmatrix} ,$$
(2)

where the matrix in the between of the state vector and the input vector is known as the

transfer function matrix, which can be re-written as:

$$\begin{bmatrix} T_{aA1}(\omega) \\ T_{bA1}(\omega) \\ T_{bB1}(\omega) \\ T_{aB}(\omega) \\ T_{aA2}(\omega) \\ T_{bB2}(\omega) \end{bmatrix} = \frac{1}{P(\omega)} \begin{bmatrix} Z_{1,1}(\omega) & Z_{1,2}(\omega) & Z_{1,3}(\omega) & Z_{1,4}(\omega) & Z_{1,5}(\omega) & Z_{1,6}(\omega) \\ Z_{2,1}(\omega) & Z_{2,2}(\omega) & Z_{2,3}(\omega) & Z_{2,4}(\omega) & Z_{2,5}(\omega) & Z_{2,6}(\omega) \\ Z_{3,1}(\omega) & Z_{3,2}(\omega) & Z_{3,3}(\omega) & Z_{3,4}(\omega) & Z_{3,5}(\omega) & Z_{3,6}(\omega) \\ Z_{4,1}(\omega) & Z_{4,2}(\omega) & Z_{4,3}(\omega) & Z_{4,4}(\omega) & Z_{4,5}(\omega) & Z_{4,6}(\omega) \\ Z_{5,1}(\omega) & Z_{5,2}(\omega) & Z_{5,3}(\omega) & Z_{5,4}(\omega) & Z_{5,5}(\omega) & Z_{5,6}(\omega) \\ Z_{6,1}(\omega) & Z_{6,2}(\omega) & Z_{6,3}(\omega) & Z_{6,4}(\omega) & Z_{6,5}(\omega) & Z_{6,6}(\omega) \\ Z_{7,1}(\omega) & Z_{7,2}(\omega) & Z_{7,3}(\omega) & Z_{7,4}(\omega) & Z_{7,5}(\omega) & Z_{7,6}(\omega) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_{c1}(\omega) \\ E_{bv}(\omega) \\ E_{bv}(\omega) \\ E_{bv}(\omega) \\ E_{fc}(\omega) \\ T_{a}(\omega) \\ P_{a}(\omega) \end{bmatrix},$$
(3)

where:

 $P(\omega)$  is the polynomial conformed by the natural frequencies (Eigen values), and  $Z_{n,m}(\omega)$  represents the zeros polinomiun from the concerned spectral relationship between *n*-output and *m*-input variables.

#### 4. Experimental characterization

With the intention to know both poles (eigenvalues) and zeros, a set of experiments where performed in the lyophilization device, where all model variables listed on table 1 were measured and processed to know the spectral response of each them. Figs 3 to 8 and 9 to 15 plot the inputs and outputs variables behavior respectively.



**Figure 3.** Dynamic behavior of the compressor energy consumption from system 1



**Figure 4.** Dynamic behavior of the compressor energy consumption from system 2



Figure 5. Dynamic behavior of the vacuum pump energy consumption



Figure 6. Dynamic behavior of the heat source energy consumption.



Figure 7. Dynamic behavior of the ambient temperature.



Figure 8. Dynamic behavior of the atmospheric pressure.









**Figure 10.** Dynamic behavior of the low temperature at high pressure on system 1.



**Figure 11.** Dynamic behavior of the low temperature at low pressure on system 1.



Figure 12. Dynamic behavior of the common high temperature at low pressure.



**Figure 13.** Dynamic behavior of the high temperature at high pressure on system 2.



**Figure 14.** Dynamic behavior of the low temperature at high pressure on system 2.







Figure 15. Dynamic behavior of the low temperature at low pressure on system 2.

Then by considering the transfer functions from each relationships of these experimental results, their magnitude spectra was estimated by a Fast Fourier Transform algorithm, and by analyze them graphically the poles (maximums) and zeros (crosses) were estimated as well as Figs. 16 and 17 show it. Therefore the resulted poles polynomial is



Figure 16. Graphical analysis from a transfer function spectra to get the poles location.







And the concerned zeros for each variables relationship are listed on table 2.

Table 2. Model zeros list.

	Z1 [Hz]	Z2 [Hz]	Z3 [Hz]	Z4 [Hz]	Z5 [Hz]	Z6 [Hz]
<b>Z</b> <sub>1,1</sub>	1.1990E-05	1.6181E-05	3.0303E-05	0.00010417		
$Z_{1,2}$	1.1820E-05	1.5015E-05	2.9240E-05	5.7471E-05	0.00033333	
Z1,3	1.3123E-05	2.1368E-05	6.4103E-05	0.00055556		
$Z_{1,4}$	1.1655E-05	1.5432E-05	1.9841E-05	2.4155E-05	0.00166667	
$Z_{1,5}$	1.4749E-05	3.9683E-05	9.8039E-05	0.000555556		
<b>Z</b> 1,6	1.1494E-05	1.5873E-05	3.4722E-05	9.8039E-05	0.000416667	
$\mathbb{Z}_{2,1}$	1.1261E-05	1.5015E-05	3.6232E-05	0.00033333		
$Z_{2,2}$	1.1038E-05	1.4493E-05	1.8315E-05	2.8736E-05	3.7879E-05	0.00055556
Z2,3	1.4124E-05	2.1368E-05	7.5758E-05	0.00055556		
$Z_{2,4}$	1.1038E-05	1.5576E-05	2.6042E-05	0.00041667		
Z2,5	1.1037E-05	1.5723E-05	3.3333E-05	0.000111111	0.000166667	0.000208333
Z2,6	1.2073E-05	1.5576E-05	3.3333E-05	0.000128205	0.000208333	0.000416667
Z3,1	1.2531E-05	1.7921E-05	3.4722E-05	0.00033333		
Z3,2	1.1111E-05	1.4124E-05	1.7361E-05	2.9240E-05	5.9524E-05	0.00041667
Z3,3	1.3550E-05	1.9841E-05	0.00011905	0.00055556		
Z3,4	1.1111E-05	1.1820E-05	1.4368E-05	1.9608E-05	2.4876E-05	0.00041667
Z3,5	1.0964E-05	0.001666667	3.7788E-05	0.00023810	0.00033333	0.00041667
Z3,6	1.1737E-05	3.8760E-05	0.0002381	0.0003333	0.0005556	
<b>Z</b> 4,1	1.1338E-05	1.3550E-05	1.9608E-05	2.4876E-05	9.2593E-05	0.00041667
Z4,2	1.1038E-05	1.4124E-05	1.8727E-05	2.6882E-05	4.3860E-05	0.00055556
Z4,3	1.5015E-05	2.0833E-05	5.9524E-05	0.00055556		
Z4,4	1.1038E-05	1.2438E-05	1.6835E-05	1.8315E-05	2.4155E-05	0.00055556
Z4,5	1.263E-05	1.9380E-05	2.4876E-05	5.9524E-05	0.000238095	0.000333333
Z4,6	1.1905E-05	1.9380E-05	2.5641E-05	8.7719E-05	0.000333333	0.001666667



Z5,1	1.1905E-05	1.2438E-05	1.5723E-05	1.9157E-05	2.5253E-05	0.00041667
Z5,2	1.1111E-05	1.3661E-05	1.7921E-05	2.8249E-05	3.7879E-05	0.00041667
Z5,3	1.2438E-05	1.8939E-05	2.0576E-05	6.1728E-05	0.00055556	
Z5,4	1.3228E-05	1.7921E-05	1.9608E-05	2.4510E-05	0.00033333	
Z5,5	0.0000142	0.0000192	0.0000249	0.0000476	0.0002083	0.0003333
Z5,6	1.1494E-05	1.5873E-05	3.4722E-05	9.8039E-05	0.000416667	
Z6,1	1.1261E-05	1.3550E-05	2.0325E-05	2.4876E-05	8.3333E-05	0.00055556
Z6,2	1.1111E-05	1.4493E-05	1.7007E-05	2.7778E-05	3.7037E-05	
Z6,3	1.5576E-05	2.1097E-05	5.5556E-05	0.00055556		
Z6,4	1.1111E-05	1.8315E-05	2.4876E-05	0.00012821	0.00055556	0.00166667
Z6,5	1.1494E-05	1.4881E-05	1.9380E-05	2.4510E-05	0.000119	0.000417
Z6,6	1.1111E-05	1.6340E-05	3.1447E-05	9.8039E-05	0.000333333	5.556E-04
<b>Z</b> 7,1	1.4124E-05	2.6042E-05	0.00016667	0.00083333		
<b>Z</b> 7,2	1.1261E-05	1.4006E-05	1.7361E-05	2.8736E-05	3.7037E-05	0.00033333
Z7,3	1.4881E-05	2.1368E-05	6.4103E-05	0.00055556		
Z7,4	1.1038E-05	1.3774E-05	3.2051E-05	0.00166667		
<b>Z</b> 7,5	1.1737E-05	1.4881E-05	3.2680E-05	0.000111111	0.000333333	0.000416667
Z7,6	1.1111E-05	1.6340E-05	3.1447E-05	9.8039E-05	0.000333333	0.000555556

Due to the sample time of the data acquisition system the all frequency measurements have  $\pm 0.0016$  Hz of uncertainty. Fig. 18 shows the experimental setup of the lyophilization device used in this work.



Figure 18. Experimental setup of the lyophilization device.



### 5. **Results analysis**

Based on the transfer function matrix from the complete dynamical system of the analyzed lyophilization process, the model simulation results (output variables performance) for the same experimental scenario (temporal behavior of the set of input variables) was predicted. Figs. 19 and show the temporal confrontation 20 between the experimental results and the simulation. model for the internal temperature and pressure from the concerned lyophilization chamber.

### Conclusion

Due to the zeros location listed on Table 2, it is true that electrical inertial moments are not significant for the spectral of interest in this study case. As the poles location dictates, the dynamic link between ambient temperature and pressure is strong and cannot be decoupling, statement that reinforces the thermodynamics in the between.



Figure 19. Results of the temperature prediction from the lyophilization chamber.



Figure 20. Results of the pressure prediction from the lyophilization chamber.

It is shown the poles location does not depend of the three sub-process of the lyophilization process, because they are define based on the transfer function and



do not on the activation time of the input variables which define the lyophilization device energetic performance.

The strongest dynamics links between input and output variables are the ones which present almost the same zeros location, and they came from the variables that represents the same energetic stage of the refrigerant gas in both vapor compression systems.

The results analysis statement listed before, has been reviewed by a refrigeration specialist board conformed by Technologists from the several Companies as BOHN, MABE, Guentner and by Scientifics from LaNITeF; then the most important results of this work is that this model can work as the baseline for the future development of a control algorithm and an energy optimization strategy consequently, because results are according with the time response expected from the lyophilization system.

### Acknowledgment

Authors thank CONACYT for the support through the Scholarships No. 906807 and 903766 and by the National Laboratories Program Project No. 299090 from the National Laboratory for Cooling Technology Research (LaNITeF). Thanks, are extended to the School of Engineering of the Anahuac University of Querétaro and to the LaNITeF from the Engineering Center of Industrial Development (CIDESI).

Part of the result reported in this paper comes from the project VINCULACIÓN/2018/03 developed by CIDESI and WALWORTH México with the support of COMECYT by the PROGRAMA PARA LA VINCULACIÓN DE EMPRESAS DEL MÉXICO ESTADO DE CON INSTITUCIONES DE EDUCACIÓN CENTROS SUPERIOR Y DE INVESTIGACIÓN.



### References

[1] The World Bank, "When it comes to the Hunger Challenge, Producing More Food Isn't the Only Answer", 2016. <u>https://www.worldbank.org/en/news/feature/2016</u> /10/12/when-it-comes-to-the-hunger-challengeproducing-more-food-isnt-the-only-answer.

[2] J. Meléndez, "Denuncia desperdicio de toneladas de alimentos al día en AL y el Caribe", El Universal, 2018. <u>https://www.eluniversal.com.mx/mundo/denuncia</u> <u>n-desperdicio-de-toneladas-de-alimentos-al-dia-</u> <u>en-al-y-el-caribe</u>.

[3] R. Akkerman, P. Farahani, and M. Grunow, "Quality, safety and sustainability in food distribution: a review of quantitative operations management approaches and challenges," OR Spectr., vol. 32, no. 4, pp. 863–904, 2010. <u>https://doi.org/10.1007/s00291-010-0223-2</u>

[4] D. Hendrickson, C. Smith, and N. Eikenberry, "Fruit and vegetable access in four low-income food deserts communities in Minnesota," Agric. Human Values, vol. 23, no. 3, pp. 371–383, 2006. https://doi.org/10.1007/s10460-006-9002-8

[5] A. V Ostrouh and N. G. Kuftinova, "Automation of planning and management of the transportation of production for food-processing industry enterprises," Autom. Control Comput. Sci., vol. 46, no. 1, pp. 41–48, 2012. https://doi.org/10.3103/S0146411612010063

[6] L. A. Minim, J. S. R. Coimbra, V. P. R. Minim, and J. Telis-Romero, "Influence of Temperature and Water and Fat Contents on the Thermophysical Properties of Milk," J. Chem. Eng. Data, vol. 47, no. 6, pp. 1488–1491, Nov. 2002. https://doi.org/10.1021/je025546a.

[7] L. Barros, P. Baptista, D. M. Correia, J. S. Morais, and I. C. F. R. Ferreira, "Effects of conservation treatment and cooking on the chemical composition and antioxidant activity of Portuguese wild edible mushrooms.," J. Agric. Food Chem., vol. 55, no. 12, pp. 4781–4788, Jun. 2007. https://doi.org/10.1021/jf0704070.

[8] P. Vayre, "Pamélioration du proceed de lyophilization pour les protéines á usage pharmaceutique", E-Mem Academy of Chemistry,

Vol 6, Issue 2, pp. 62 – 71, 2007. https://www.pseudo-sciences.org/+Ameliorationdu-procede-de-lyophilisation-pour-les-proteinesa-usage+.

[9] A. A. Barresi et al., "Monitoring of the primary drying of a lyophilization process in vials," Chem. Eng. Process. Process Intensif., vol. 48, no. 1, pp. 408–423, 2009. https://doi.org/10.1016/j.cep.2008.05.004.

[10] J. Barley, "Basic Principles of Freeze Drying", SP Scientific, <u>https://www.spscientific.com/freeze-drying-</u> lyophilization-basics/., 2012.

[11] The Lyophilization: Our Strength, LB LYOPharm, <u>http://www.lyopharm.it/en/process-of-lyophilization.html</u>, 2014.

[12] K. Zhou and H. Yu, "Application of fuzzy predictive-PID control in temperature control system of Freeze-dryer for medicine material," in 2011 Second International Conference on Mechanic Automation and Control Engineering, 2011, pp. 7200–7203. https://doi.org/10.1109/MACE.2011.5988712.

[13] M. Parvis, S. Grassini, S., and A. Barresi, "Sputtered thermocouple for lyophilization monitoring", 2012 IEEE International Instrumentation and Measurement, 2012. https://doi.org/10.1109/I2MTC.2012.6229263.

[14] CCA, 2019, Cuantificación de la pérdida y el desperdicio de alimentos y sus efectos, informe técnico, Comisión para la Cooperación Ambiental, Montreal, Canadá, 149 pp. <u>http://www3.cec.org/islandora/en/item/11813-</u> technical-report-quantifying-food-loss-and-wasteand-its-impacts-es.pdf.

[15] M. López-Martínez, "Formulación del proceso de liofilización en frutas y hortalizas como valor agregado a su presentación a mercados tipo exportación". Universidad Militar Nueva Granada, [online]. Disponible en: http://hdl.handle.net/10654/14989.

[16] A. Vallan, "A Measurement System for

Lyophilization Process Monitoring," in 2007 IEEE Instrumentation & Measurement Technology Conference IMTC 2007, 2007, pp. 1–5. https://doi.org/10.1109/IMTC.2007.379000

[17] C. Vilas, A. A. Alonso, E. Balsa-Canto, E. López-Quiroga, and I. C. Trelea, "Model-based real time operation of the freeze-drying process,"



Processes, vol. 8, no. 3, pp. 1–21, 2020. https://doi.org/10.3390/pr8030325

[18] D. Fissore, R. Pisano, and A. A. Barresi, "On the use of temperature measurement to monitor a freeze-drying process for pharmaceuticals," in 2017 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC), 2017, pp. 1–6. https://doi.org/10.1109/I2MTC.2017.7969890

[19] B. L. Caballero, C. J. Márquez, and M. I. Betancur, "Efecto de la liofilización sobre las características físico-químicas del Ajórocoto (*Capsicum pubescens* R & P) con o sin semilla," Bioagro, vol. 29, pp. 225–234, 2017. http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci arttext& pid=S1316-

<u>33612017000300008&lng=es&tlng=es</u>.

[20] A. Baheti, L. Kumar, and A. K. Bansal, "Excipients used in lyophilization of small molecules," J. Excipients Food Chem., vol. 1, no. 1, pp. 41–54, 2010. https://ojs.abo.fi/ojs/index.php/jefc/article/view/2 1.



Este texto está protegido por una licencia CreativeCommons 4.0

Usted es libre para Compartir — copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato — y Adaptar el documento — remezclar, transformar y crear a partir del material — para cualquier propósito, incluso para fines comerciales, siempre que cumpla la condición de:

Atribución: Usted debe dar crédito a la obra original de manera adecuada, proporcionar un enlace a la licencia, e indicar si se han realizado cambios. Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que tiene el apoyo del licenciante o lo recibe por el uso que hace de la obra.

Resumen de licencia - Texto completo de la licencia