

Implementación de sistema para control y adquisición de datos de una termobalanza

Agustín Bernardo
Instituto Balseiro - Comisión Nacional de Energía Atómica
(19 de agosto de 2019)

Se diseñó, desarrolló e implementó un sistema para un equipo que realiza mediciones termogravimétricas. Se verificó la correcta adquisición de datos y el adecuado control del equipo mediante mediciones sin muestra. Adicionalmente se validó el sistema empleando muestras con propiedades conocidas.

I. INTRODUCCIÓN

La termogravimetría [1] es una técnica ampliamente utilizada en el estudio de la fisicoquímica de materiales. Consiste en medir cambios de masa de un material frente a cambios de la atmósfera en la que se encuentra inmerso.

En el Departamento Fisicoquímica de Materiales del Centro Atómico Bariloche, se dispone de una termobalanza TGA HP50F, que es utilizada a diario con el fin de estudiar una gran variedad de muestras. Entre ellas, y vinculado al uso del hidrógeno como vector energético, se estudian ciclos de absorción y desorción del mismo en materiales formadores de hidruros.

El programa comercial que fue entregado con el equipo tiene un conjunto de experimentos prearmados, muy poco flexibles y que no permiten expresar el potencial de la termobalanza. Además, algunos controles están mal implementados, por lo que el comportamiento de las variables físicas a controlar (como presión y temperatura) no es óptimo.

El objetivo de este trabajo fue solucionar esta problemática. Para ello, se diseñó, desarrolló, implementó y verificó un software modular que permite a los usuarios de la termobalanza ejecutar un conjunto de mediciones mucho más amplio que el que era posible, con un mayor control sobre el equipo.

II. DISEÑO

A. El equipo

Para hablar del diseño del programa que controla un equipo, es fundamental comenzar conociéndolo. Un esquema simplificado de la termobalanza objeto de este trabajo puede verse en la Fig. 1.

La muestra a medir se aloja dentro de un reactor en el que puede controlarse la temperatura, la atmósfera gaseosa y la presión. La temperatura de la muestra se mide con una termocupla alojada dentro del reactor, ubicada a aproximadamente 0.5 cm por debajo del crisol que contiene la muestra. El control de la temperatura se realiza mediante un horno resistivo que rodea al reactor (temperatura ambiente - 800 °C) o un baño térmico que circula un fluido por un circuito que rodea al reactor (0-80 °C). La atmósfera gaseosa se establece utilizando hasta tres gases distintos que ingresan al sistema a través de con-

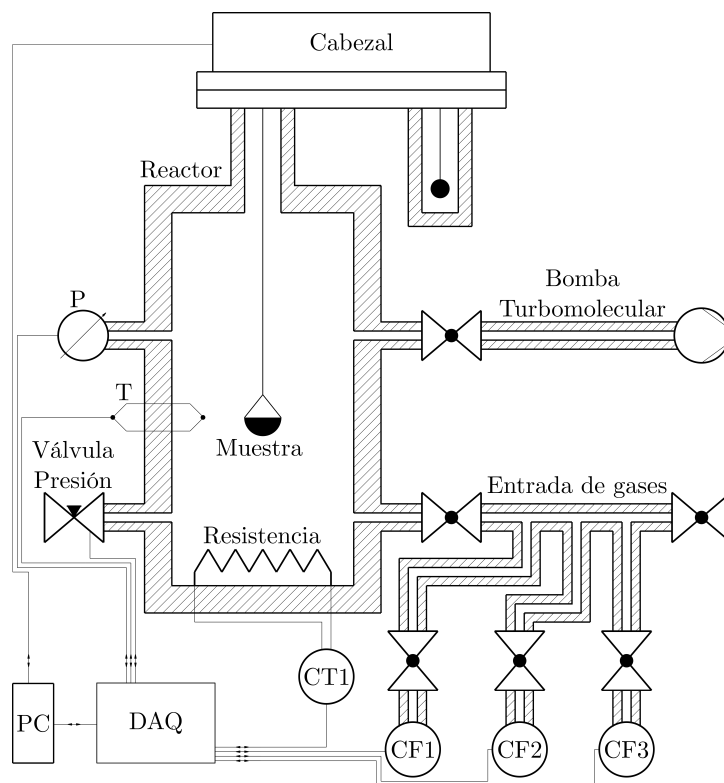


Figura 1. Diagrama esquemático de la termobalanza.

troladores de flujo Brooks SLA5850 (0-500 sccm) y egresan del sistema por una válvula de aguja de apertura controlable mediante un motor paso a paso o un venteo. Durante una medición la presión en el reactor puede mantenerse constante en condiciones estáticas o dinámicas (bajo flujo de gas) o puede variarse en el tiempo. Adicionalmente, es posible trabajar bajo vacío de bomba turbomolecular. Los rangos de presión accesibles van desde 10^{-6} mbar hasta 50 bar.

La medición de masa se realiza mediante un cabezal CI STABAL II ubicado en la parte superior del diagrama (apreciación de 1 μ g, rango dinámico de 0-100 mg). La atmósfera del cabezal puede ser diferente a la atmósfera en el reactor y la temperatura del cabezal está controlada de manera independiente con una precisión de 1 °C, para evitar derivas por cambios en la temperatura. En una cámara aledaña se coloca un contrapeso que permite balancear al sistema evitando sobrecorrientes en el puente

de Wheatstone que se utiliza para medir la masa.

Todas las válvulas que interconectan las diferentes partes del equipo son neumáticas, y pueden operarse de manera automática a través de una tarjeta de salidas digitales National Instruments PCI 6221 o manualmente mediante el panel de control del instrumento.

En cuanto a los datos de presión, flujo y temperatura, los mismos son adquiridos por una computadora a través de una placa de adquisición National Instruments PCI 6713. El control de la temperatura y los valores de flujo de los gases se realiza empleando las salidas analógicas de la placa de adquisición. En el caso particular de la temperatura se utiliza un controlador externo WATLOW 935A cuyo set point se establece con la computadora. Los datos de masa se adquieren utilizando una comunicación serial entre la computadora y la unidad de control del cabezal.

El equipo completo se encuentra montado sobre un bloque de concreto masivo separado del piso por tacos antivibratorios para mejorar la estabilidad de las mediciones.

B. Requerimientos del programa

El programa debe ser tal que otorgue la máxima flexibilidad posible al usuario para diseñar sus propios experimentos. Por ello, se pensó en un formato modular, que permita concatenar módulos o subexperimentos donde cada una de las variables se programen de forma independiente.

Los subexperimentos contienen información del valor inicial y final para cada una de las variables, el tiempo total del subexperimento y el tiempo entre mediciones, la apertura o cierre de las válvulas, y las condiciones de finalización del subexperimento. El subexperimento puede terminar por el tiempo transcurrido, o por el valor de una variable, o inclusive por la derivada de una variable. Esto permite generar módulos donde uno espera que la masa se estabilice, o que la temperatura o presión lleguen a un valor determinado. Los subexperimentos se ejecutan de forma secuencial. Estos deben poder agregarse o modificarse a medida que el experimento se ejecuta, para poder hacer cambios sobre la marcha.

La comunicación entre la computadora y la placa de adquisición de datos se hace a través de un puerto paralelo. Luego, la placa se ocupa de escribir los valores enviados por la computadora en los controladores de cada variable, o de abrir y cerrar las válvulas requeridas. La computadora y el cabezal se comunican a través de un puerto serie RS 232.

Debido a la poca confiabilidad del suministro eléctrico, cada valor medido y requerido debe ser grabado en un archivo en cada momento de medición del experimento. Cada vez que un experimento comienza o termina, se guarda además un registro en un archivo de texto, con información del autor, la muestra, una descripción y las variables programadas en cada subexperimento. Una vez que el experimento termine, además, deben guardarse los

gráficos obtenidos, para facilitar visualmente el uso de información al usuario.

Se incluye también dentro del diseño del programa un historial de las mediciones realizadas, a fin de facilitar la búsqueda de experimentos y mediciones ejecutadas, y posibilitar la repetición de los mismos con un esfuerzo mínimo.

Se agrega una ventana que grafique en tiempo real el comportamiento de las variables, como por ejemplo la masa en función del tiempo, de la presión y de la temperatura, o la derivada de la masa en función del tiempo, o la presión y temperatura en función del tiempo, entre otras.

Por último, se consideró que debido a la peligrosidad potencial de un mal uso del equipo, se necesitan agregar medidas de seguridad para que el usuario no sea capaz de generar una sobrepresión, sobretensión, flujo de gases peligrosos y otro sin fin de problemas. No obstante, se pensó en agregar un panel de control que permita, contraseña de por medio, comunicarse de forma directa con el equipo, sin las barreras de seguridad.

III. IMPLEMENTACIÓN

A. Estructura del programa y librerías

Para implementar el programa se utilizó Python. Esta decisión está fundamentada en la simplicidad del lenguaje, la versatilidad que provee y las librerías existentes, que permitieron escribir el código de forma ágil y robusta. Se escribió un manual de usuario del programa [2], orientado a que sea posible modificar el código en un futuro.

El programa está escrito bajo el paradigma de programación orientada a objetos. Se escribieron cuatro clases que engloban a todo el funcionamiento: la clase de objetos de tipo subexperimento, donde se aloja la mayoría de la información a controlar, medir y guardar; la clase de objetos experimento, que permite ejecutar los subexperimentos y se comunica con la interfaz gráfica; la clase de interfaz gráfica, que permite que el programa se comunique con el usuario; y la clase PID, que se ocupa del control de la presión.

La comunicación con la placa de adquisición se ejecuta a través de *PyDAQ-mx*, una librería que facilita el uso de DAQ-mx, que es el lenguaje de comunicación estándar de las placas de adquisición de National Instruments. Para la comunicación con la balanza, se utiliza la librería *serial*. Para minimizar las líneas de código dentro de la aplicación principal, se escribió una librería externa que se encarga de las comunicaciones.

A diferencia de la mayoría de las variables a controlar, tales como la temperatura y los caudales de gases, la presión no tiene un controlador externo dedicado a ella. Por ello, se emuló un controlador de tipo PID, el cual corre en un loop de fondo del programa. Este se ocupa de mover la válvula de aguja para asegurar un comportamiento correcto de la presión. El proceso de modelado

del sistema que llevó a la elección de las constantes para cada uno de los términos del control será abordado en la sección Control de la Presión.

Debido a la existencia de tres procesos que deben correr en simultáneo (la interfaz gráfica, la comunicación con los instrumentos y el control de la presión), el programa se escribió en una arquitectura de hilos. Estos hilos son subprocesos que el programa coordina de forma paralela en el procesador. La librería *threading* contiene todas las

funciones requeridas para tal fin.

Para el análisis numérico de cada una de las variables, el cálculo de las derivadas y el manejo de vectores, se utilizó la librería *numpy*. Para graficar la información obtenida en tiempo real se utilizó la librería *Matplotlib*.

La interfaz gráfica del programa, utilizada para que el usuario diseñe, ejecute y repita experimentos, fue creada utilizando la librería *Tkinter*. La misma viene por defecto con todas las distribuciones de Python. El resultado obtenido puede verse en la Fig. 2.

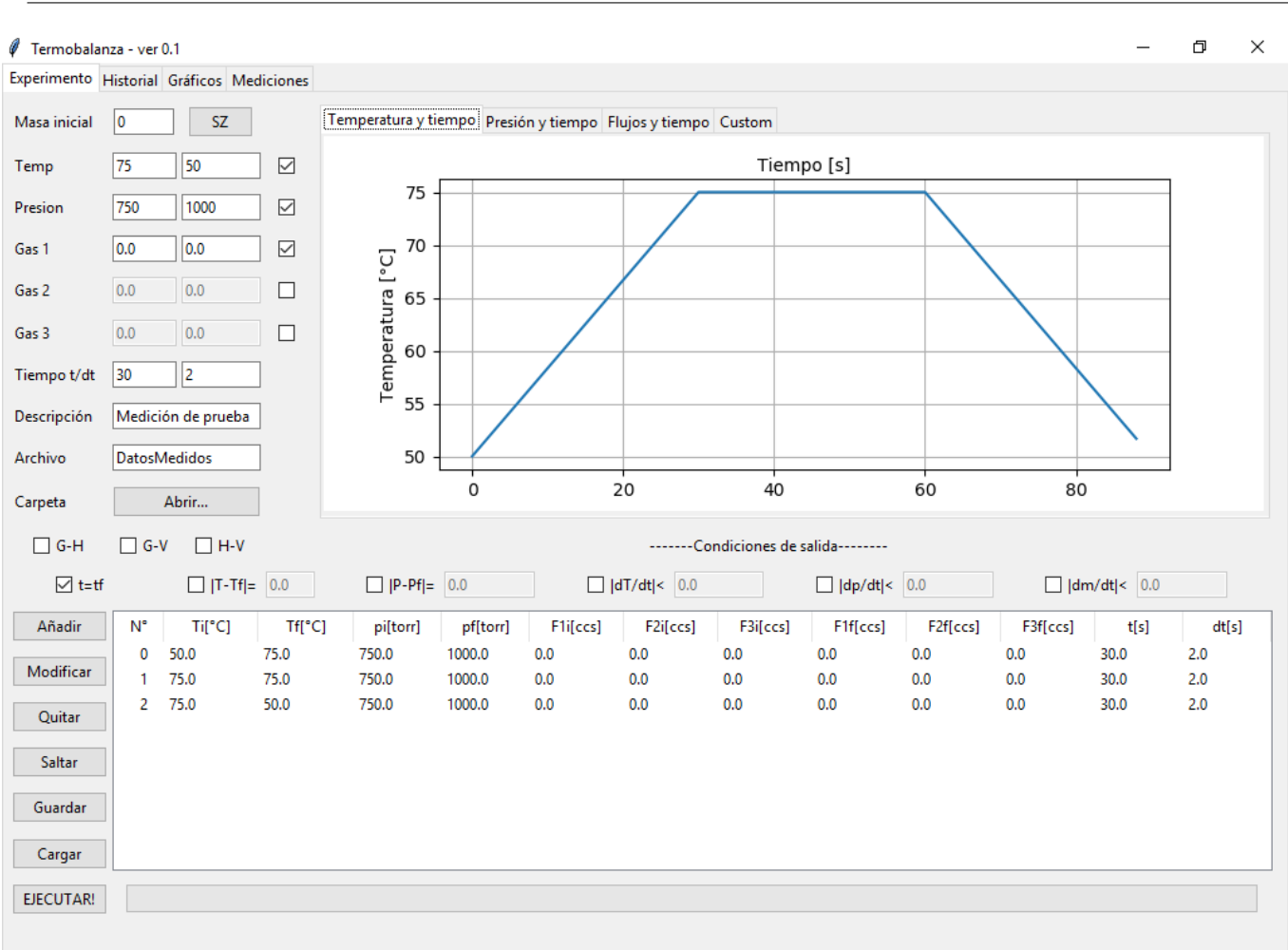


Figura 2. Interfaz gráfica escrita en Python, basada en la librería Tkinter, para mediciones termogravimétricas.

B. Interfaz gráfica

La interfaz contiene cuatro pestañas: experimentos, historial, gráficos y mediciones (el panel de control). Dentro de la pestaña de experimentos, el usuario tiene la posibilidad de diseñar experimentos a través de la concatenación de subexperimentos.

Puede observarse en la Fig. 2 que en la parte superior izquierda se encuentran múltiples campos para introdu-

cir valores iniciales y finales para todas las variables a controlar. Se puede indicar una descripción para el experimento, un nombre para el archivo, y se debe seleccionar una carpeta donde el programa exporte las mediciones, el registro y los gráficos. Inmediatamente debajo hay tres checkboxes que permiten definir qué válvulas de flujo de gases estarán activas. El resto de las válvulas será abierto de forma automática en función de los valores requeridos al experimento.

Los checkboxes que se encuentran debajo de las válvulas a activar representan a las condiciones de salida de cada subexperimento.

Debajo de las condiciones de salida se encuentran los botones para añadir, modificar o quitar un subexperimento. El botón para saltar un subexperimento es utilizado si por algún motivo se desea terminar con algún módulo de forma súbita. Los botones *cargar* y *guardar* son utilizados para exportar o importar un archivo de configuración que contiene una lista de subexperimentos, para repetirlo o añadirlo en un experimento que se esté diseñando. Abajo a la derecha hay un listado de subexperimentos con los valores iniciales y finales de las variables.

Debajo de todo se encuentra una barra de progreso que se va llenando a medida que el experimento transcurre, y da una información visual del tiempo que falta para que termine. Arriba a la derecha se grafican los valores requeridos de cada subexperimento, dando información visual al usuario de qué es lo que programó para la medición.

C. Control de la presión

Con la finalidad de determinar un método eficaz y seguro para controlar la presión, se decidió caracterizar el comportamiento de la válvula de aguja destinada a tal fin. Se pensó en controlar la presión a través de funciones bien definidas que vinculen un flujo con una posición de la válvula y una presión de equilibrio. Debido a dificultades experimentales, se optó finalmente por implementar un control de tipo PID. La caracterización de la válvula que se detalla a continuación permitió elegir valores para las constantes proporcional, integradora y derivativa.

Se consideró que el reactor podía ser representado por un modelo como se muestra en la Fig. 3. Se modeló el reactor a través de un volumen fijo, con un gas ideal en su interior, y con un flujo de gas entrante y otro saliente, y una función de resistencia al paso del flujo en la válvula que fuera función de su apertura. Se consideró que la presión fuera del reactor siempre es la presión atmosférica.

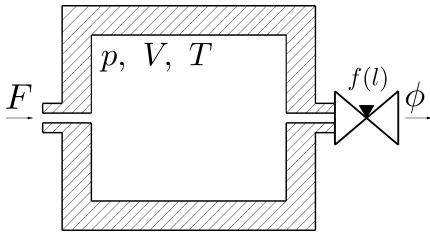


Figura 3. Modelo para el comportamiento de la presión dentro del reactor.

El cambio del número de moles en el sistema (n) por unidad de tiempo es la diferencia entre el flujo que ingresa al sistema F y el flujo que escapa del mismo ϕ . El flujo que escapa del sistema puede vincularse a la diferencia de presión entre el reactor y el exterior, y a una función de la posición de la válvula de aguja, $f(l)$:

$$\frac{dn}{dt} = F - \phi, \text{ con } \phi = f(l) \frac{p - p_{atm}}{p_{atm}}$$

A partir de estas consideraciones, y utilizando la ecuación de estado del gas ideal, se obtuvo una expresión para la presión en función del tiempo, para una posición fija de la válvula y una presión inicial p_0 , dada por:

$$p(t) = \underbrace{p_{atm} \left(\frac{F}{f(l)} + 1 \right)}_{p_{est}} + (p_0 - p_{est})e^{-t/\tau}, \quad \tau = \frac{V p_{atm}}{RT f(l)}$$

Utilizando esto, se ideó un experimento que permitiese verificar la hipótesis. Para ello, a partir de una posición arbitraria de la válvula, se estableció un flujo de gas y se esperó hasta que el sistema se aproxime a un estado estacionario. El criterio utilizado fue que la derivada de la presión respecto al tiempo sea menor, en valor absoluto, a una constante adecuadamente seleccionada. Luego, se abrió la válvula y se volvió a esperar la misma condición. Repitiendo este procedimiento, tanto para el cierre como para la apertura de la válvula, se obtuvo el valor de la presión estacionaria y el comportamiento en cada paso. Una de las mediciones realizadas puede observarse en la Fig. 4. Se puede inferir, a partir del gráfico, que el modelo exponencial ajusta correctamente al comportamiento del sistema.

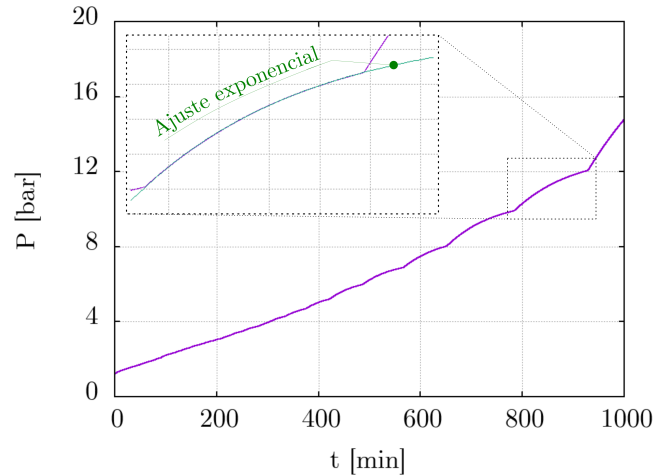


Figura 4. Medición de la presión en función del tiempo para un flujo de gas fijo, cambiando la apertura de la válvula cuando esta llegaba al estado estacionario.

Puede verse que según el modelo, existe una relación entre la presión estacionaria, el tiempo propio de la exponencial y el flujo que ingresa al sistema, dado por:

$$p_{est} = p_{atm} + \frac{FRT}{V} \tau$$

Se determinaron las presiones estacionarias obtenidas en las mediciones del experimento y se graficaron en la Fig. 5. Puede verse que las mismas siguen el comportamiento lineal esperado. También, se observa que la pendiente de la recta aumenta conforme aumenta el flujo.

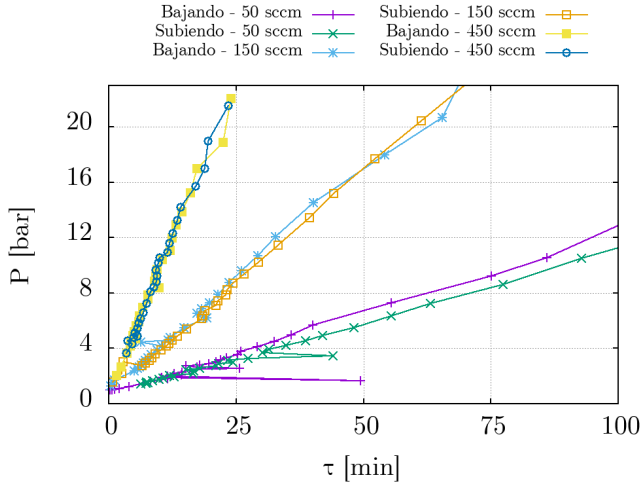


Figura 5. Presión estacionaria del sistema en función del tiempo propio, medida en distintas aperturas de la válvula, para diversos flujos de gas en el sistema.

Respecto a la transferencia de la válvula, se utilizó un modelo como el que se muestra en la Fig. 6. Se propuso que la conductancia al paso de gas debía ser proporcional al área transversal al mismo y en consecuencia proporcional a la distancia de apertura de la válvula al cuadrado. De esta forma: $f(l) = al^2$, donde a es una constante. En el estado estacionario se espera que la presión estacionaria, el flujo de ingreso y la apertura de la válvula estén relacionados por la siguiente ecuación:

$$F = al^2 \frac{p_{est} - p_{atm}}{p_{atm}}$$

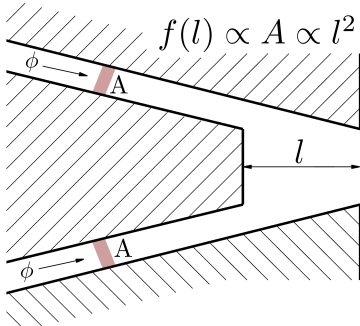


Figura 6. Esquema simplificado de la válvula de aguja y su conductancia del flujo de gas.

No obstante, al efectuar la medición, se descubrió que existía una dependencia entre el flujo y la conductancia

de gas de la válvula, lo cual se vio reflejado en una constante de ajuste adicional γ :

$$l = \left(\frac{F}{a}\right)^{\gamma/2} \left(\frac{p_{atm}}{p_{est} - p_{atm}}\right)^{1/2} = g(F, p_{est})$$

Los resultados obtenidos se muestran en la Fig. 7. La variable en el eje horizontal es el tiempo de apertura t_{ap} de la válvula, proceso que consideramos ocurre a velocidad constante, por lo que establecemos que es proporcional a la longitud de apertura l . La función en el eje vertical, $g(F, p_{est})$, se normalizó respecto al flujo, con la finalidad de ajustar las constantes a y γ . Se obtuvo $\gamma = 0,937$ y $a = 78$. La información obtenida para tiempos de apertura típicos y el comportamiento exponencial de la presión dentro del reactor permitieron elegir correctamente valores iniciales para el control PID. Una vez elegidos, se probó la respuesta del sistema frente al control de la presión, tanto para valores constantes como para rampas.

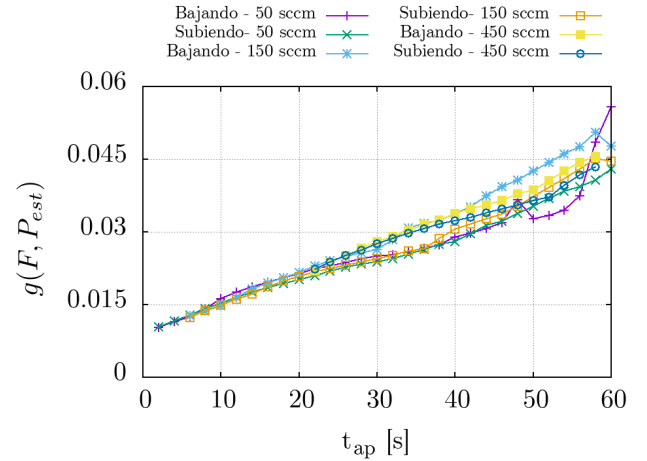


Figura 7. Ajuste de la relación entre la apertura de la válvula y la presión estacionaria, normalizada por el flujo.

D. Respuesta del equipo a valores programados

Para establecer si el programa era capaz de seguir los experimentos programados, se midieron rampas de temperatura, de flujo y de presión, sin ninguna muestra dentro del reactor.

En primera instancia, se buscó optimizar los parámetros del control PID para obtener una respuesta rápida y estable del equipo. En la Fig. 8 se muestra este proceso. Las constantes vinculadas al control fueron modificándose paso a paso. Queda claro que el sistema responde adecuadamente a valores de presión requeridos. Esta prueba se realizó con un flujo constante de 100 sccm de helio. En mediciones posteriores, se observó que la respuesta del sistema cambia con el flujo, en concordancia con lo observado en la sección anterior.

En la Fig. 9 se grafica el comportamiento del sistema durante un experimento a presión constante (1.33 bar)

en el que se programó una rampa de temperatura de 0 a 450 °C seguida de un tramo isotérmico. Se observa que la presión se mantiene en el valor prefijado con una variación muy baja, de aproximadamente unos ± 3 mbar. La temperatura sigue una rampa lineal ligeramente apartada de los valores programados. Además, la temperatura de la etapa isotérmica es mayor a la buscada.

Esta diferencia se origina en que mediante el programa

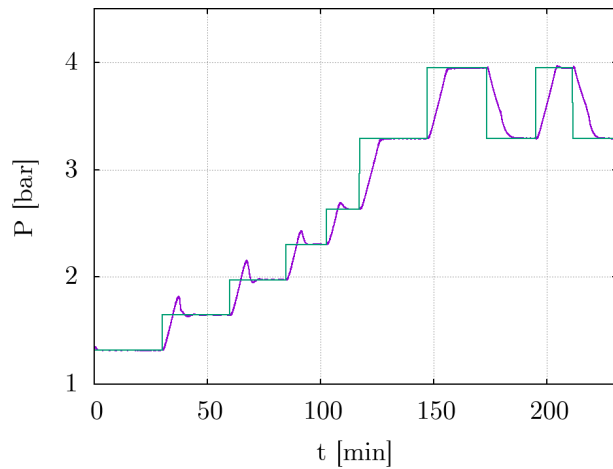


Figura 8. Presión requerida y medida, para afinar el PID

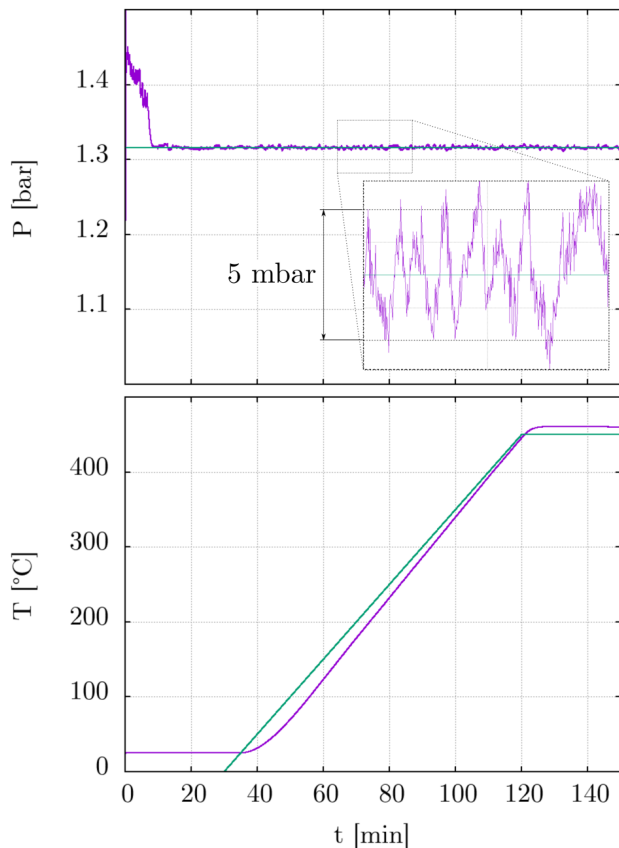


Figura 9. Presión y temperatura medidas y requeridas en función del tiempo.

se controla la temperatura del horno y se adquiere una temperatura diferente, medida por la termocupla ubicada en las proximidades de la muestra. En esta primera versión del programa se utilizó para establecer el set point del horno la función provista por el fabricante. Esta función deberá ser revisada.

En la Fig. 10 se grafica el comportamiento del sistema para una rampa de presión. Es claro que el sistema sigue satisfactoriamente la rampa de presión requerida. Pueden observarse las oscilaciones al principio del control y la estabilidad al final. Estas oscilaciones se deben a que los parámetros de control del PID dependen del tipo de gas y del flujo de ingreso al sistema. La determinación completa de estos parámetros requiere de estudios más detallados. Es importante aclarar que esta medición no era posible con el programa que fue entregado por el vendedor de la termobalanza.

En la Fig. 11 se grafica el ruido de una medición de masa en función del tiempo, para una condición estable de presión y temperatura. Puede verse que el mismo queda acotado dentro de ± 2 μg .

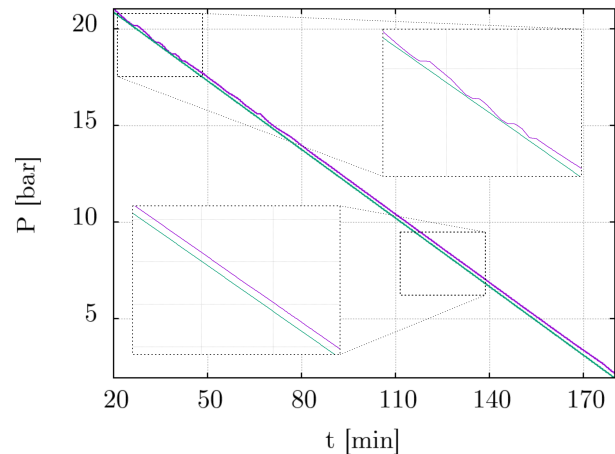


Figura 10. Presión medida y requerida en función del tiempo.

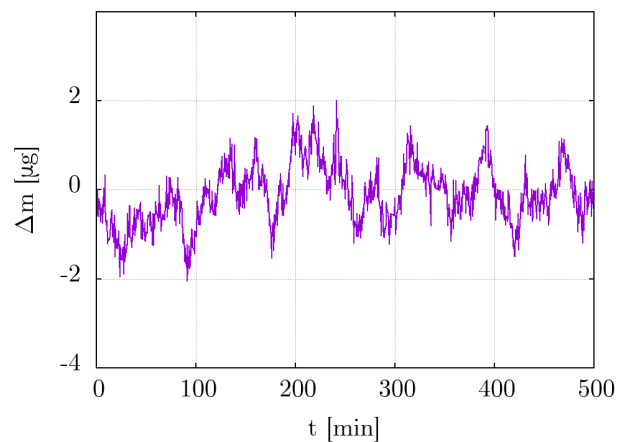


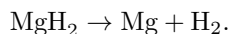
Figura 11. Estabilidad de la masa en función del tiempo.

IV. VALIDACIÓN

Para caracterizar la interacción del hidrógeno con los materiales formadores de hidruros, típicamente se realizan dos tipos de experimentos: uno para estudiar la cinética del proceso y otro para conocer las propiedades termodinámicas del sistema. Dentro del primer tipo de experimentos una opción es analizar la descomposición del hidruro bajo una rampa de temperatura, a presión constante. Con el segundo tipo de experimentos se busca conocer la presión en la que el hidruro y el material formador de hidruro coexisten a una dada temperatura. Esta presión se denomina presión de equilibrio. Como validación del sistema de medición, se realizaron dos estudios: uno para caracterizar la cinética de la descomposición del hidruro de magnesio (MgH_2) y otro para medir la presión de equilibrio del sistema $\text{LaNi}_5\text{-H}_2$.

A. Desorción de una muestra de MgH_2 aditivada con óxido de Niobio

La primera validación del equipo se efectuó con una muestra conocida de MgH_2 , con 0.1 % molar de óxido de niobio ($\text{Nb}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_5$) como aditivo con función catalítica. El objetivo es estudiar la desorción de hidrógeno de la misma en una atmósfera inerte. Al aumentar la temperatura se produce la reacción:



Por conservación de masa, considerando el aditivo, se espera que el porcentaje de peso máximo que la muestra pueda desorber es 7.5 wt. % de H_2 .

Se estableció una atmósfera inerte de He a una presión de 1.33 bar y se programó una rampa de temperatura de 5 °C/min, de temperatura ambiente a 420 °C (la medición de estas variables se detalló en la Fig. 9, perteneciente a la sección anterior). Se midió la masa función de la temperatura utilizando una muestra con una masa inicial de (7.0 ± 0.1) mg, colocada dentro de una cápsula de aluminio para minimizar el contacto con el aire durante su manipulación. Una vez obtenida esta, se corrigieron los datos restando una línea de base correspondiente a la medición de la masa en las mismas condiciones atmosféricas, pero sin muestra. A partir de los datos obtenidos, se obtuvo la Fig. 12. Se observa que el material empieza a liberar hidrógeno a una temperatura cercana a 350 °C, alcanza su máxima tasa de deshidruración a los 375 °C y finaliza alrededor de los 400 °C. En todo el proceso desorbe (6.5 ± 0.1) wt.%, un valor inferior al calculado según la reacción pero similar al observado en mediciones previas del mismo material [3].

B. Caracterización termodinámica del sistema $\text{LaNi}_5 - \text{H}_2$

La segunda validación del equipo se efectuó con una muestra de LaNi_5 . En este caso, se estudiaron proce-

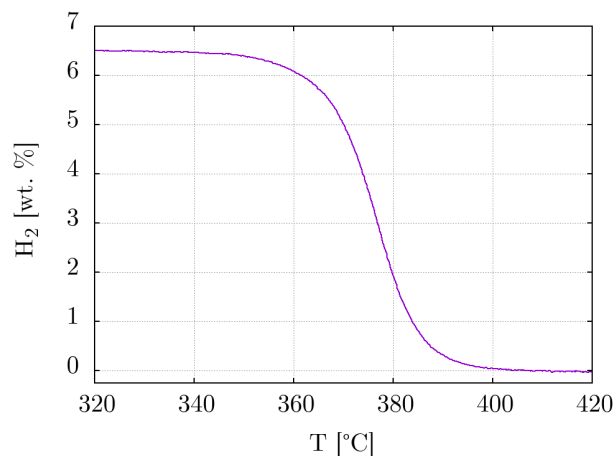
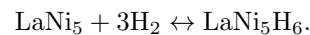


Figura 12. Porcentaje en peso de hidrógeno en función de la temperatura para una muestra de MgH_2 aditivada con óxido de Nb.

ses sucesivos de absorción y desorción de hidrógeno bajo rampas de presión ascendentes y descendentes, a temperatura constante. La reacción que se esperó observar es:



Al estudiar el balance de masas, se obtiene que el hidrógeno máximo a almacenar en la muestra es 1.38 wt. %. Con el objetivo de estudiar este proceso, se utilizó una muestra de (64.3 ± 0.1) mg colocada también dentro de una cápsula de aluminio y se realizaron las mediciones a una temperatura constante de 56 °C. Para poder determinar las propiedades de equilibrio del sistema, es necesario activar la muestra. Esto consiste en realizar una serie de ciclos de absorción y desorción hasta alcanzar valores estacionarios de las presiones medidas.

De la misma forma que en el caso anterior, es necesario procesar los datos restando una línea de base. La variación de la presión durante la medición produce un cambio en la masa medida debido al empuje del gas que debe descontarse. Para eso se realiza un experimento en las mismas condiciones, pero utilizando un gas inerte, helio en este caso. Los resultados procesados se muestran en la Fig. 13.

Se observa que el hidrógeno absorbido por la muestra llega a (1.37 ± 0.01) wt. %, lo cual es muy cercano al valor teórico. La presión de absorción y desorción depende del número de ciclos, debido al fenómeno de activación. En particular, la presión a la que ocurre la primera hidruración es mucho mayor que las posteriores, como es habitual. Una vez que la activación acaba, se obtiene la curva de histéresis que se muestra en línea gruesa. En ella, se observa que la presión de absorción está alrededor de los 7 bar, y la de desorción de los 4 bar. La cantidad de hidrógeno que se encuentra en la muestra luego de un ciclo de desorción es no nula debido a que se forma una solución sólida en la misma.

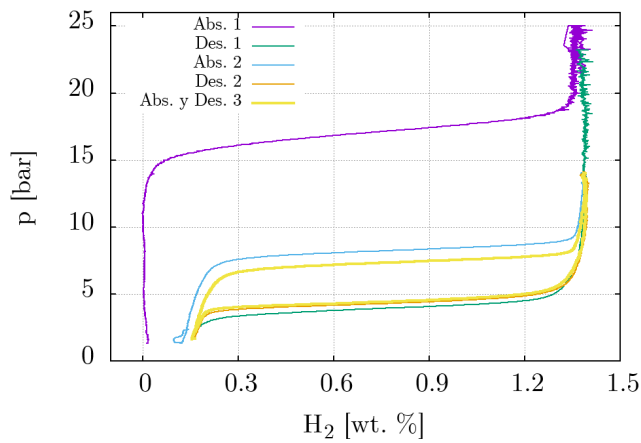


Figura 13. Presión en función de la masa para una muestra de LaNi_5 , en un ciclado de absorción y desorción de hidrógeno.

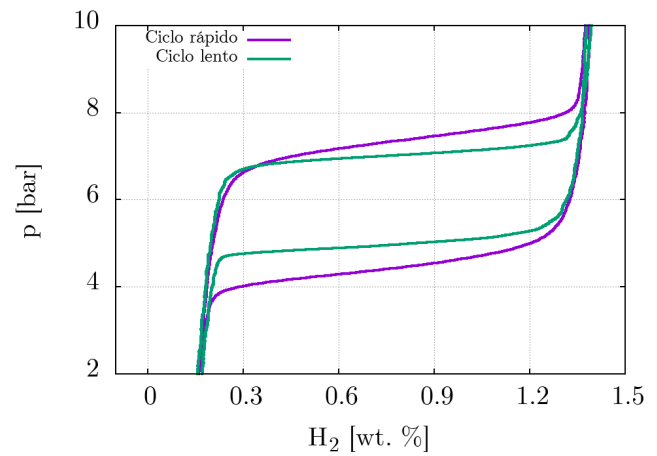


Figura 14. Comparación de la presión en función del contenido de hidrógeno en una muestra de LaNi_5 , medida en un ciclo rápido y en uno lento.

Como se buscan propiedades de equilibrio del material, una vez que este está activado, es conveniente realizar los experimentos aumentando y disminuyendo la presión lo más lentamente posible. Con este objetivo, se midió un ciclo a una velocidad mucho menor (0.86 bar/h) y se la comparó con el último ciclo de la activación, realizado a 8.6 bar/h. Se muestra el resultado en la Fig. 14. Puede verse que las presiones de equilibrio de absorción y desorción están mejor definidas en la medición lenta respecto a la medición rápida. Los valores de presión medidos a la mitad de los plateaux de absorción y desorción son 7.1 y 5.1 bar, respectivamente. El valor de equilibrio calculado con la entalpía y entropía promedio de diferentes mediciones de la literatura reportadas en [4] resulta en 6.21 bar, y el valor de histéresis informado es de 1.4 bar. Se observa un buen acuerdo entre los valores de presión de equilibrio y una histéresis ligeramente mayor, que puede atribuirse a las condiciones dinámicas del experimento.

V. CONCLUSIONES

Se diseñó e implementó un sistema informático para el uso de la termobalanza TGA HP50F que se encuentra en el Edificio Esparza de Ciencia de Materiales. Se escribió y documentó un manual de usuario explicando cada función dentro del programa, con la finalidad de facilitar cambios a futuro. Se aumentó satisfactoriamente el rango de experimentos que el equipo es capaz de ejecutar. Para este fin, se caracterizó la válvula de aguja para controlar la presión y se emuló un controlador PID. Se verificó que el funcionamiento del programa sea correcto, respecto a la respuesta del equipo frente a los valores requeridos para las variables como para la repetibilidad de resultados en muestras conocidas. Además, se realizaron mediciones nuevas que antes no eran posibles, permitiendo obtener resultados útiles para el grupo. En particular, se midió la desorción de hidrógeno de una muestra de hidruro de magnesio, y las propiedades de equilibrio de una muestra de LaNi_5 a una temperatura de 56 °C.

[1] Coats, A. W.; Redfern, J. P. (1963). *Thermogravimetric Analysis: A Review*. Analyst. 88 (1053): 906–924.
 [2] Agustín Bernardo (2019). *Manual de uso y documentación del software para la termobalanza*. <https://es.scribd.com/document/410601255/Manual>.

[3] Juan J. Cortez et al. (2019), *Kinetic improvement of H_2 absorption and desorption properties in Mg/MgH_2 by using niobium ethoxide as additive*, International Journal of Hydrogen Energy Volume 44, Issue 23.
 [4] S. Luo et al. (1998), *Further studies of the isotherms of $\text{LaNi}_{5-x}\text{Sn}_x$ -H for $x=0-0.5$* , Journal of Alloys and Compounds 267: 171–181