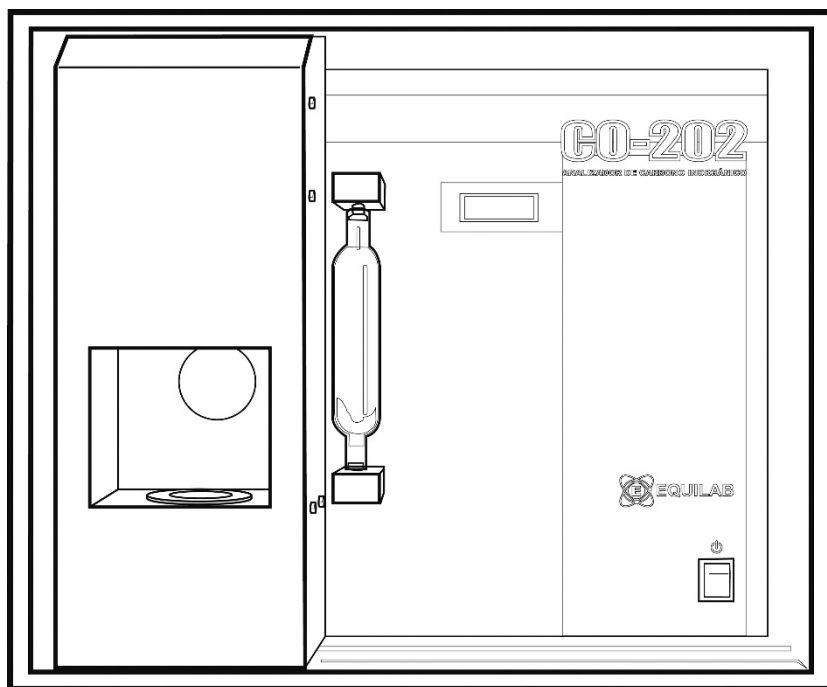


ANALIZADOR DE CARBONATOS

EQUILAB CO-204



Manual de Usuario



1.	Presentación.....	5
2.	ESPECIFICACIONES DEL ANALIZADOR CO-204	6
2.1.	LISTA DE MATERIALES ENTREGADOS CON EL EQUIPO	9
3.	INSTALACIÓN.....	11
3.1.	CONEXIÓN DE LOS GASES.....	11
3.2.	CONEXIÓN DE LA IMPRESORA	12
3.3.	COLOCACIÓN REACTIVOS:	12
3.4.	COLOCACIÓN DE LOS REACTIVOS LIQUIDOS	12
4.	OPERACIÓN	13
4.1.	PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO	13
4.2.	ANTES DE ANALIZAR	14
4.3.	ANÁLISIS DE MUESTRAS.....	15
4.4.	SECUENCIA DEL ANÁLISIS	16
4.5.	PAUTAS DE ANALISIS.....	19
5.	DESCRIPCIÓN DEL SISTEMA.....	20
5.1.	VENTANA DE DATOS.....	21
5.2.	LA VENTANA DE CONFIGURACIÓN.	21
5.3.	VENTANA DE CHEQUEO DE DISPOSITIVOS	23
5.4.	VENTANA DE CALIBRACION	¡Error! Marcador no definido.
?	Procedimiento de linealización:	25
5.5.	VENTANA DE RECÁLCULO DE ANALISIS	32
5.6.	FIN DE SESION.....	34
5.7.	SALIR DEL SISTEMA	34
6.	APLICACIONES	35
6.1.	Carbones:.....	35
6.2.	Mezclas de carbón con absorbentes:	35
6.3.	Análisis de cenizas:	35
6.4.	Control químico de minerales:	35
6.5.	Procesos de calcinación:.....	36
6.6.	Lechadas y calizas	36

7.	MANTENIMIENTO DEL ANALIZADOR.....	37
7.1.	CELDA DE INFRARROJOS.....	37
7.2.	MANTENIMIENTO DE LA BOMBA PERISTÁLTICA	38
8.	ESQUEMAS ELECTRONICOS DEL ANALIZADOR.....	40
8.1.	INTERCONEXIONES PLACA DE CONTROL.....	40
8.2.	CONTROL DE LA TEMPERATURA (OVEN + CELDA IR).....	42
8.3.	DIAGRAMA DEL DETECTOR DE PRESIÓN	44
8.4.	DIAGRAMA DEL MODULO DE CONTROL DE LA BOMBA DE.....	45
9.	ANEXOS	46
9.1.	PREPARACION DE LA DISOLUCION ÁCIDA.	46
9.2.	PREPARACION DE DISOLUCIONES DE CALIBRACIÓN	46

2. Presentación

El CO-204 es un nuevo instrumento totalmente automático capaz de realizar un análisis de carbonatos en menos de tres minutos, eliminando las incertidumbres y mejorando la repetitividad y facilidad en la ejecución del análisis según las normas ASTM D1796 – ISO 925 – UNE 80-217-91.

Dicho dispositivo se basa en los principios de descomposición por ataque ácido por el cual transforma los carbonatos y bicarbonatos de la muestra en CO_2 , los cuales son cuantificados a través de la celda de infrarrojos que lleva adjunta el equipo.

El doble rango de medida nos permite la realización de muestras desde muy bajo contenido en carbonatos (Slurry) hasta calizas que tienen 100% carbonatos, realizando muestras tanto sólidas como líquidas sin preparación previa. Dichos rangos son controlados por el ordenador y el controlador de flujo másico.

La aplicación informática permite llevar a cabo todas las operaciones con el equipo: ejecución de la secuencia de análisis, introducción de los datos, calibración, linearización de la celda, gestión de resultados; así como monitorizar en tiempo real todos los parámetros de proceso y estado del analizador mediante tablas y gráficos de alta resolución, lo que facilita las tareas de diagnóstico y reparación.

3. Información

Este manual ha sido redactado para informar a los usuarios de las distintas posibilidades que ofrece el analizador de carbonatos CO-204.

Esta documentación técnica permitirá a los usuarios obtener el mayor rendimiento del equipo.

Es necesaria la lectura del manual antes de iniciar los trabajos con el equipo.

4. Simbología utilizada

A lo largo del manual se podrán encontrar los siguientes símbolos de seguridad.



Este símbolo indica precaución. La falta de atención sobre la nota de advertencia puede causar daños o el mal funcionamiento del equipo, incluyendo posibles pérdidas en las funciones de seguridad del equipo.



Riesgo eléctrico.



Se indicará con este símbolo cualquiera información adicional relevante.



Uso obligatorio de botas.

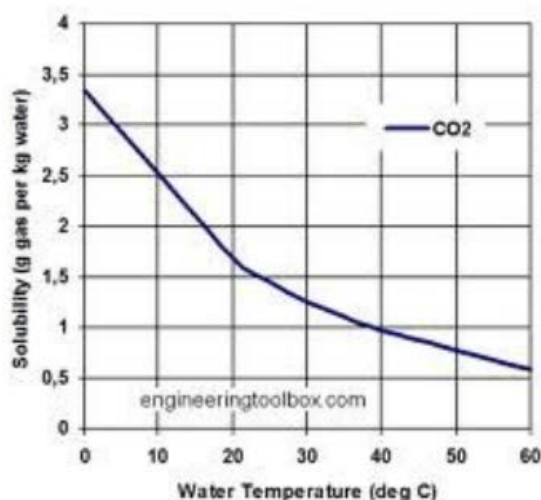


Uso obligatorio de guantes.

Por favor, respete todos los avisos de seguridad y de peligro fijados en la máquina.

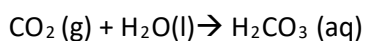
5. Descripción del equipo

La solubilidad del CO₂ en el agua pura a 25°C es de 1,45 g/L, y su variación con la temperatura queda reflejada en la siguiente gráfica, donde queda patente la gran solubilidad del mismo en el agua fría (tal y como le ocurre a cualquier gas).

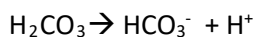


Este CO₂ que penetra en el agua genera, en primera instancia, ácido carbónico (H₂CO₃) el cual rápidamente entra a formar parte del complejo equilibrio ácido-base en el que participan las diferentes formas carbonatadas presentes en un agua.

Aunque en un agua la mayor parte del CO₂ disuelto está como CO₂ rodeado de moléculas de agua, parte estará en la forma de ácido carbónico, de tal forma que cuando se habla en general de ácido carbónico se asume también la parte del gas disuelta (CO₂(aq)), a pesar de que es esta última la forma mayoritaria en la que se encuentra. Así, podemos escribir la primera reacción de equilibrio que tiene lugar cuando el CO₂ pasa a la fase acuosa:

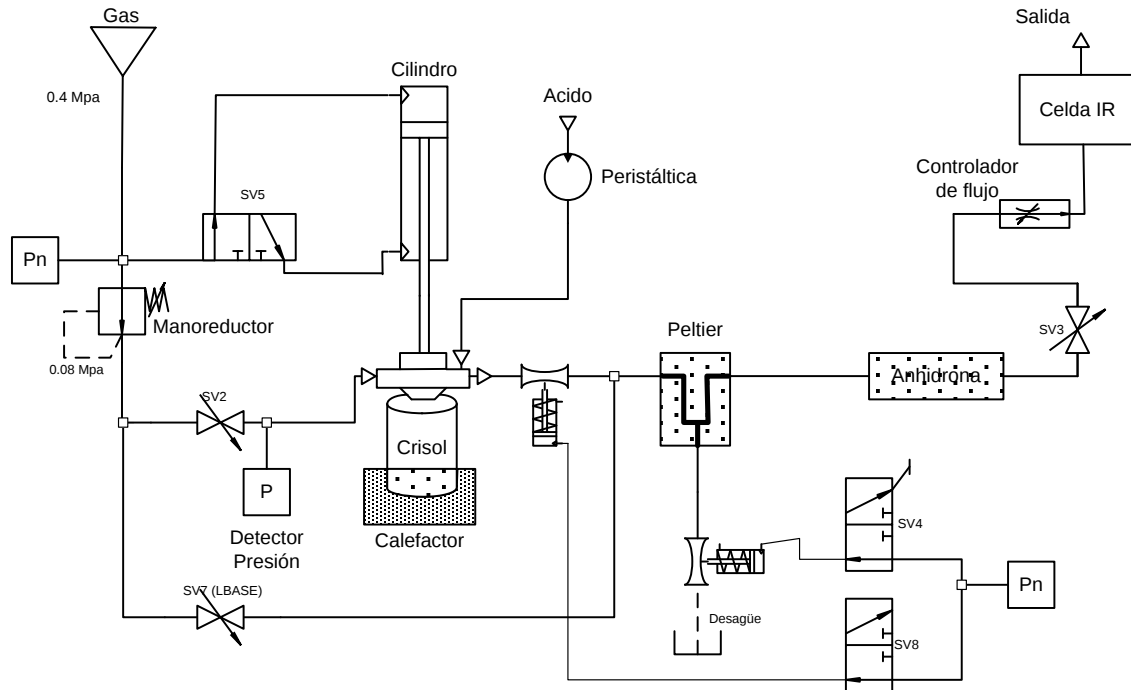


Una vez formado, el ácido carbónico se disocia parcialmente para dar bicarbonato y protones:



Basándonos en este aspecto, si se aumenta la temperatura del crisol, el CO₂

5.1. Diagrama neumático simplificado del analizador de carbonatos



6.

7. Especificaciones del analizador CO-204

- Rango de medida: De 0 a 44% (máx.150 mg de CaCO_3)
- Precisión: 0.5% de desviación standard
- Peso de la muestra: De 0.1 a 5 gr
- Sensibilidad: 0.01 %
- Expresión de resultados: CO_2 , CO_3Ca , mmol/L
- Tiempo de análisis: Programable desde 60 segundos
- Reactivos: Anhidrona, H_3PO_4
- Temperatura de trabajo: De 10 °C a 35 °C
- Alimentación: 220 VAC, 50 Hz 0.75 kW
- Gas de arrastre: Aire de instrumentación o Nitrógeno 99.99 54 psi (4 kg/cm²)

7.1. Lista de materiales entregados con el equipo

- Analizador CO-201
- PC con Windows
- Monitor 17" color
- Impresora Chorro de tinta
- Cisoles de Vidrio (10)
- Agitadores (10)
- Anhidrona (1 lb.) Ref. AR171
- Lana de Vidrio (1/2 lb) Ref. AR265
- Tubo conexión de gases (1)



- Juntas Cierre Pistón (2)
- Juntas para tubo reactivo (8)
- Manual de Instrucciones (1)
- Disco de Sistema (1)

8. Instalación

La instalación del analizador se efectuará sobre una superficie elevada y plana, teniendo en cuenta que exista una toma de tensión próxima a 220 VAC.

Al colocar el analizador sobre la superficie, se debe tener en cuenta que la parte posterior del mismo quede separada de cualquier obstáculo no menos de 30 cm., de tal forma que sea posible la conexión de la toma de gas y la salida al exterior de vapores. Por otro lado, deberá existir una distancia no inferior a 1 metro entre la parte superior del analizador y cualquier obstáculo situado sobre el mismo, de tal forma que se pueda efectuar la libre salida del aire de enfriamiento del condensador peltier. Para su funcionamiento, el equipo ha de ser conectado a una toma de tensión (220 VAC) provista con toma de tierra. El cable de conexión del equipo se encuentra dispuesto en la parte posterior del mismo.

NOTA: La no utilización de alimentación con toma de tierra, podría influir negativamente en el funcionamiento del analizador, produciendo inestabilidades en la celda de infrarrojos, así como interferencias en las señales de control del analizador.

8.1. Conexión de los gases

En la parte posterior del analizador, además de la toma de alimentación, se encuentran las conexiones para los gases de análisis y la salida de vapores ácidos de la reacción.

La conexión del gas de análisis se efectúa mediante un tubo flexible de 6 mm a la toma señalada como "GAS IN". Para el normal funcionamiento del analizador es necesario utilizar un gas con pureza no inferior al 99'9% (N-30 ó C-30). La presión de entrada de N₂ al analizador debe estar en el margen de 3,0...5.0 Kg. /cm² (40.70 PSI.).

8.2. Conexión de la impresora

La presentación de los resultados del analizador se realiza mediante el Monitor del PC y de una impresora exterior. La alimentación de dicha impresora se efectuará a una toma de 220 VAC. La impresora debe ser conectada directamente al PC de control del Analizador.

8.3. Colocación reactivos

En el frente del equipo hay dispuesto un tubo de bulbo en el cual se coloca la anhidrona para absorber la humedad de los gases de análisis.

8.4. Colocación de los reactivos líquidos

Para su operación, el analizador requiere de dos recipientes situados en el exterior del mismo

Uno de estos depósitos contiene la disolución de H_3PO_4 utilizada para efectuar el ataque de la muestra. El segundo depósito se utiliza para contener el líquido condensado en el serpentín del enfriador peltier en cada análisis. La evacuación se realiza por gravedad, por lo que este depósito debe estar situado a un nivel inferior a la del Analizador.

9. Operación

9.1. Principio de funcionamiento

El funcionamiento del analizador, se basa en la descomposición de la muestra mediante un ataque ácido y la cuantificación del dióxido de carbono desprendido del contenido de carbonatos y bicarbonatos (carbón inorgánico) contenidos en la misma, utilizando Nitrógeno como gas de arrastre, éste es conducido a través de una celda selectiva de Infrarrojo, donde se efectúa la cuantificación en tiempo real.

El proceso de análisis, se realiza colocando la muestra en un crisol de vidrio junto con una varilla magnética de agitación. Sobre dicho crisol, y mediante un pistón neumático, se efectúa un cierre sobre la parte superior del mismo. Una vez efectuada el cierre, se realizan una serie de purgas sobre el mismo, de tal forma que desplazemos los gases que existen en el interior del crisol al estar en contacto con el ambiente. Una vez limpio el interior del crisol, se procede a la dosificación de la disolución ácida de ataque sobre la muestra mediante la bomba peristáltica de Ácido.

Cuando se ha efectuado la dosificación de ácido, la reacción de la muestra se favorece mediante agitación de la misma en el interior del crisol, y calentando este hasta conseguir que la muestra ebulle. En este paso, los gases desprendidos, son arrastrados a velocidad constante hasta la unidad de medida.

Los gases desprendidos de la muestra, pasan a través de un secador de alta eficiencia, de esta forma conseguimos que los vapores que salen como consecuencia de la ebullición de la muestra, condensen en el mismo, siendo estos recogidos en la parte inferior del serpentín y expulsados al exterior a través de SV6 a un depósito de desecho (D₁).

Una vez que los gases salen del enfriador, estos pasan por un filtro de humedad, compuesto por un tubo con anhidrona, donde se produce el secado total de los gases desprendidos.

El tiempo de análisis, es variable, dependiendo de la naturaleza de la muestra a analizar.

El tiempo nominal queda establecido en 280 sg.

9.2. Antes de analizar

Antes de comenzar una sesión de análisis con el Analizador, o después de permanecer un tiempo sin trabajar, es aconsejable tener en cuenta los siguientes puntos:

1. Si el equipo ha estado apagado, encender y esperar al menos 60 minutos antes de comenzar a efectuar análisis. Durante este tiempo, se debería abrir el paso de los gases de arrastre.

NOTA: (No es aconsejable la desconexión del equipo, salvo un largo periodo de no utilización o como consecuencia de una avería).

2. Si el equipo está conectado, abrir los gases y tras unos minutos el equipo estará preparado para trabajar.
3. Asegurarse que la anhidrona esté en buen estado.
4. Asegurarse que se dispone en el depósito de disolución ácida, en cantidad suficiente para efectuar los análisis previstos.
5. Asegurarse que el depósito de desagüe, no está lleno.

6. Comprobar que el voltaje de salida de la celda de infrarrojos se encuentra estable en un valor cercano a los 2.525 V (2.5...2.55V).
7. Establecer los parámetros de análisis deseados en la opción –“Parámetros” - del menú principal.
8. Comenzar la sesión de análisis.

9.3. Análisis de muestras

Antes de comenzar a analizar muestras problema, es necesario asegurarse que los parámetros y constantes del analizador, son los correctos, para lo cual hay que seguir los puntos citados en el apartado anterior.

Para efectuar el análisis de una muestra, se coloca una cantidad conocida en peso de la misma junto con un agitador magnético teflonado en el interior de un crisol de vidrio. Este a su vez será colocado en la cavidad situada en el frente del equipo al efecto. Una vez introducido dicho crisol, cuando comience el análisis, se produce el calentamiento del mismo y la agitación de la muestra mediante la varilla magnética en el interior del crisol y un sistema de bobinas situado en la parte inferior de la cavidad.

El comienzo del análisis se efectúa al pulsar el botón. "Analizar Muestra" de la pantalla principal, una vez que hemos introducido el nombre y el peso de la muestra, en la ventana habilitada para ello.

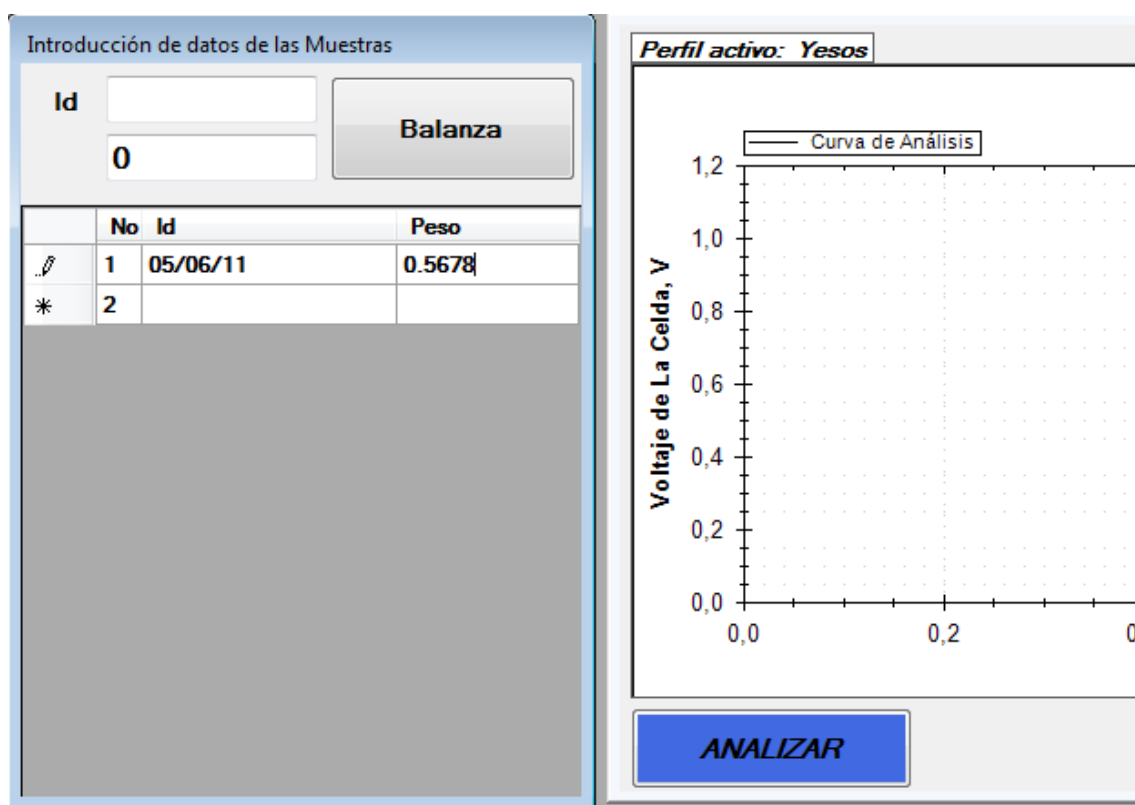
Podemos tomar el peso directamente desde una balanza previamente conectada al equipo, usando el botón "Balanza" de la ventana de introducción de datos. En este caso, siempre podemos ver el peso actual presente en la balanza, representado en la caja de texto a la izquierda del botón "Balanza", y debajo del Id de la muestra.

Además del nombre de la muestra se debe introducir el peso en gramos, usando coma o punto para separar los decimales.

Si se trabaja con m moles/l, la densidad la introducimos haciendo un doble click sobre el formulario de entrada de datos de las muestras.

La densidad solo se tiene en cuenta para los cálculos, en caso de que se

Esté trabajando en el canal de medida “mmoles / l”, siendo ignorada para los demás canales.



9.4. Secuencia del análisis

Una vez elegida la opción "REALIZACIÓN DE MUESTRAS" del menú principal, la secuencia del análisis que sigue el analizador es la siguiente:

1. Introducción código de muestra
2. Introducción del peso de la muestra (en el rango de 0.00001 a 10 gr.)
3. Introducción de la densidad de la muestra (por defecto el equipo considera 1.0)
4. Se coloca el crisol conteniendo la muestra, y se baja la pantalla de seguridad.
5. Se pulsa una tecla para comenzar el análisis.

Cuando el análisis ha comenzado, el analizador efectuará hasta la finalización del mismo y de forma automática los siguientes pasos:

1. Cierre del pistón neumático sobre el crisol

El sistema de control chequea el movimiento del Pistón, así como la correcta posición del Crisol. En caso de anomalía se aborta el Análisis.

2. Purga y precalentamiento

Se efectúa el desalojo de los gases contenidos en el crisol al estar en contacto con el ambiente. Esta purga se efectúa a través de todo el circuito de Análisis incluida la celda de medición. Durante todo este tiempo, también tiene lugar el calentamiento de la muestra a la temperatura programada.

3. Chequeo de la celda ir

Si el voltaje de la celda no está en rango (2.5.....2.56 V), se ejecuta la secuencia de ajuste de la misma (Lbase). En caso contrario solo se toma el voltaje inicial de referencia como concentración cero.

4. Dosificación ácido

Una vez efectuados las purgas del circuito de análisis, el equipo efectúa mediante la bomba peristáltica B1 la adición de aproximadamente 5 ml. de disolución ácida sobre la

muestra. Mediante esta adición se efectúa el desprendimiento del CO₂ contenido en la muestra. El volumen de disolución dosificada puede ser modificado dependiendo del tipo y naturaleza de la muestra mediante el parámetro “tiempo de dosificación de ácido”.

5. Ataque ácido y cuantificación

En el mismo momento en que comienza la adición de la disolución ácida sobre la muestra, comienza la fase de cuantificación del CO₂ desprendido. En este paso, el controlador de flujo garantiza un flujo constante, que arrastra el CO₂ desprendido por la muestra hasta la celda de infrarrojo, donde es cuantificado de forma selectiva. Durante esta fase, la muestra se mantiene en agitación para homogenizar la reacción. El tiempo de análisis, suele durar entre 120 y 300 segundos.

6. Purga de la celda

Una vez terminada la cuantificación de la muestra, pueden quedar restos de CO₂ en el circuito de Análisis, para eliminarlos se hace circular gas limpio durante 10 segundos.

7. Purga enfriador peltier

(P-3) En este paso, a través de SV2, se establece un flujo alto de N₂ (aprox. 3 litros/min.) que efectúa el desagüe del líquido condensado en el enfriador durante el análisis. Este desagüe se efectúa a través de SV6 saliendo al depósito D3.

8. Despresurización

Se conmutan las válvulas para equilibrar la presión del Crisol con la presión atmosférica, con el objetivo de eliminar posibles salpicaduras al subir el Pistón.

9. Final del proceso

Se sube el Pistón para retirar el Crisol, en caso de que la pantalla de protección esté cerrada.

9.5. Pautas de análisis

En función del tipo de muestra a analizar, se pueden establecer distintos parámetros de análisis. Así mismo, dependiendo de las concentraciones previstas de CO₂ en la muestra, se tendrán en cuenta las siguientes premisas:

➤ CARBONES:

* % de CO₂ inferior al 1% $\Rightarrow$ 2 gr. de muestra (para determinados tipos de carbón, suele ser conveniente añadir sobre la propia muestra aproximada 2 ml. de etanol, para favorecer el mojado).

* % de CO₂ entre 1% y 3% $\Rightarrow$ 1 gr. de muestra.

* % de CO₂ superior al 3% $\Rightarrow$ 1/2 gr. de muestra.

- Tiempo de Análisis: 180 sg.

- Temperatura Stand-by: 100° C

➤ CALIZAS:

* % de CO₂ aprox. 40%: entre 50 y 150 mg.

- Tiempo de análisis: 180 sg.

- Temperatura Stand-by: 100° C

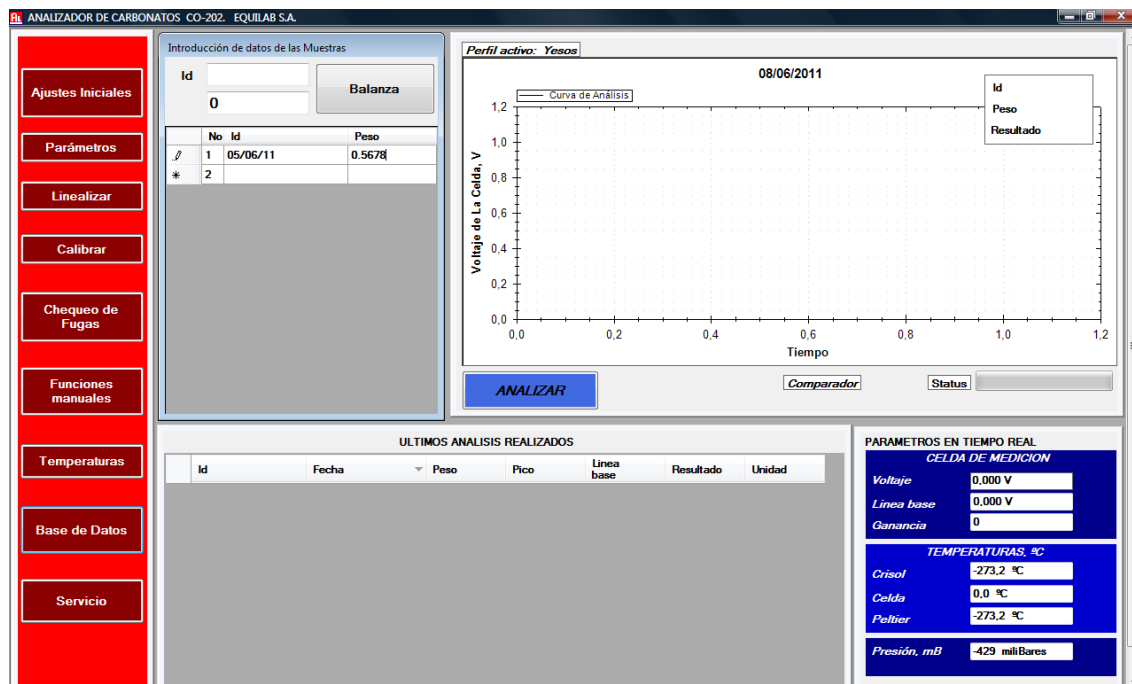
➤ DISOLUCIONES LIQUIDAS:

* Concentración CO₂ $\Rightarrow$ máximo 150 mg. de CO₂ por muestra

- Tiempo de Análisis: 180 sg.

- Temperatura Stand-by: 100° C

10. Descripción del sistema



El funcionamiento del analizador, está controlado por un programa informático, que es el encargado de ejecutar las instrucciones de control sobre las distintas partes del equipo, así como de efectuar los cálculos y procesamiento de las señales del mismo.

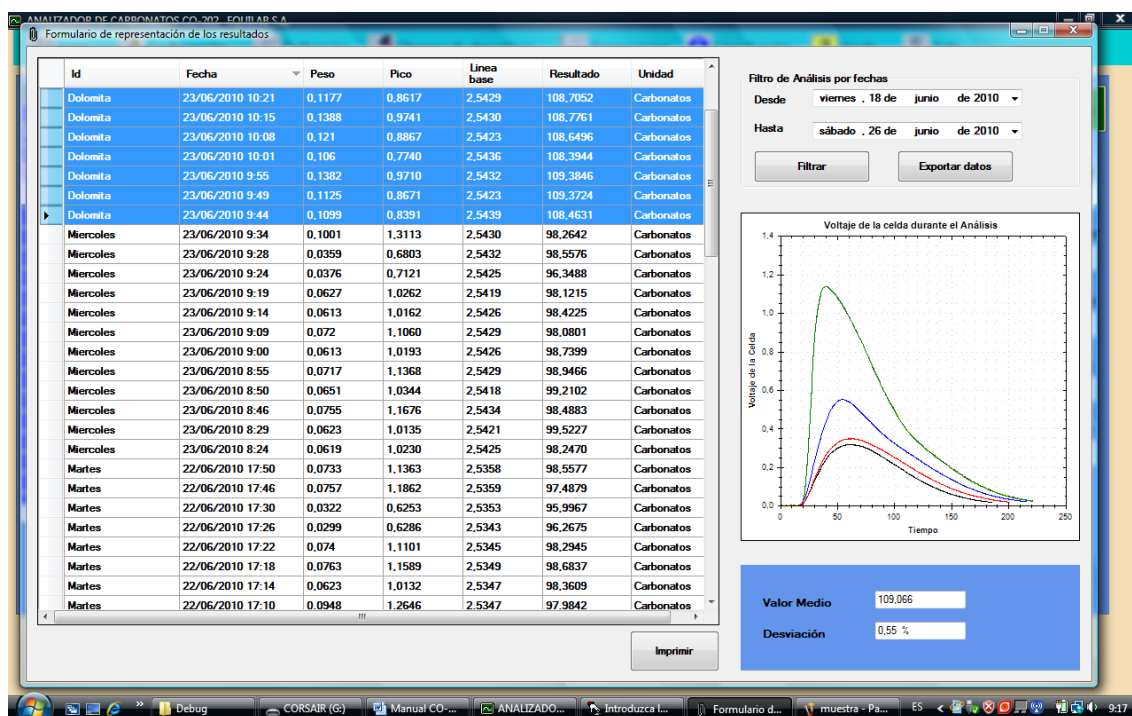
En el menú principal de control, se pueden observar las siguientes opciones:

1. Standby
2. Parámetros
3. Linealizar
4. Calibrar
5. Chequeo de fugas
6. Funciones manuales
7. Temperaturas
8. Base de datos
9. Servicio

Para la selección de cualquier opción, será necesario pulsar la pestaña correspondiente del menú de programa.

10.1. Datos

En esta ventana aparece una tabla con todos los análisis realizados por el equipo.



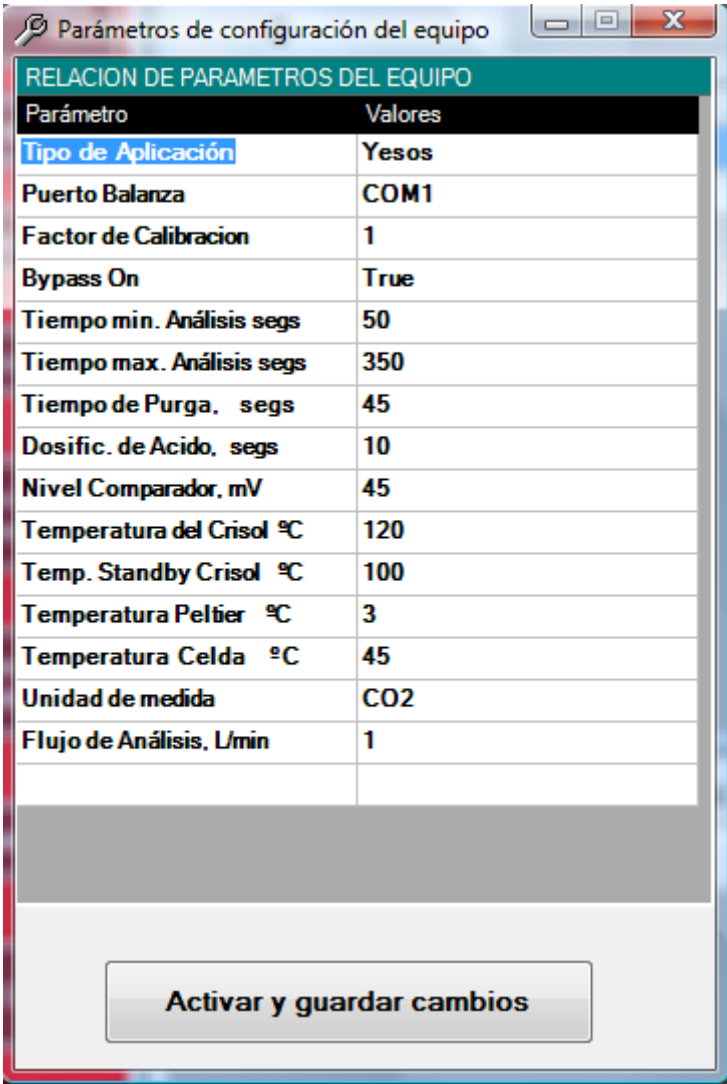
Los mismos pueden ser filtrados por fecha y ordenados por diferentes criterios.

Todo el contenido de la tabla se puede también enviar a un fichero Excel.

10.2. Configuración

Visualiza y permite modificar todos los parámetros y constantes del Analizador, los cuales se encuentran organizados por perfiles.

Para que los nuevos valores introducidos se hagan efectivos, es necesario presionar el botón "Activar y guardar cambios".



Parámetros de configuración del equipo

Parámetro	Valores
Tipo de Aplicación	Yesos
Puerto Balanza	COM1
Factor de Calibracion	1
Bypass On	True
Tiempo min. Análisis segs	50
Tiempo max. Análisis segs	350
Tiempo de Purga, segs	45
Dosific. de Acido, segs	10
Nivel Comparador, mV	45
Temperatura del Crisol °C	120
Temp. Standby Crisol °C	100
Temperatura Peltier °C	3
Temperatura Celda °C	45
Unidad de medida	CO2
Flujo de Análisis, L/min	1

Activar y guardar cambios

Esta opción del menú principal, nos permite establecer las constantes y parámetros del sistema, mediante los cuales, podemos establecer las condiciones de trabajo adecuadas a cada aplicación.

Los parámetros expresados son:

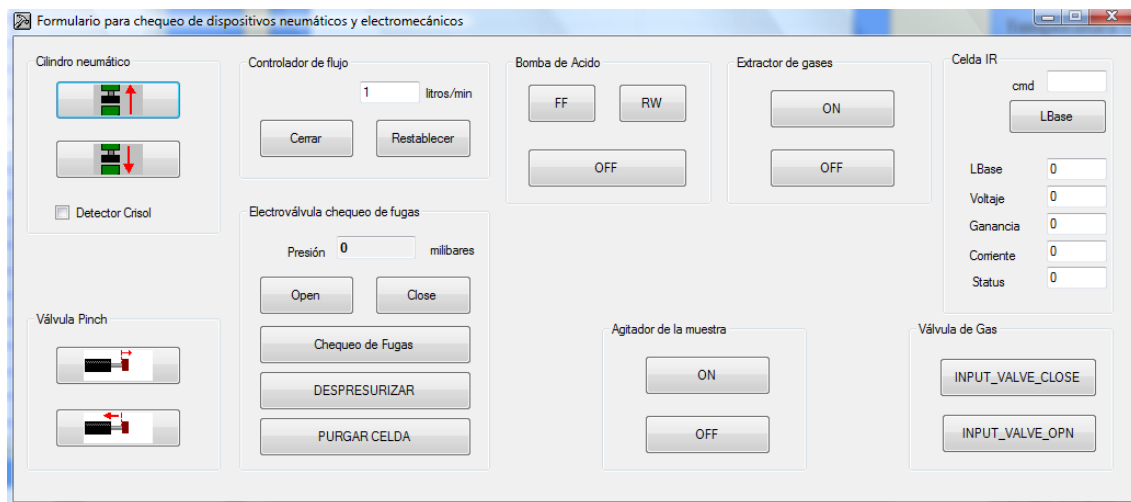
- Tipo de aplicación: Permite elegir un perfil determinado para el análisis de las muestras.
- Puerto de la balanza: Permite elegir un puerto COMM para la conexión de una balanza al equipo.
- Factor de calibración: Coeficiente actual de calibración del Perfil seleccionado, puede ser modificado de forma manual en la tabla, solo hay que tener en cuenta que el separador de los decimales debe ser una coma y no un punto.

- Tiempo mínimo de análisis: Expresa el tiempo mínimo que emplea el equipo en la cuantificación de los gases desprendidos de la muestra.
- Tiempo máximo de análisis: Expresa el tiempo máximo que emplea el equipo en la cuantificación de los gases desprendidos de la muestra. Este tiempo suele estar comprendido entre 120 y 450 sg., dependiendo tipo de muestra a analizar. El calentamiento se efectúa a una temperatura de 120°C (programable).
- Tiempo de purga: Tiempo en segundo que le damos a la celda de infrarrojos para tomar la línea base.
- Tiempo dosificación de ácido (segs): Tiempo en segundos, en que la bomba de ácido se encuentra activada durante cada análisis.
- Nivel del comparador: Expresado en milivoltios sobre el cero absoluto durante el cálculo del Área, da inmunidad contra el ruido y disminuye el tiempo de Análisis.
- Temperatura de enfriamiento del peltier: Establece la temperatura a la cual se mantendrá el interior del condensador en el régimen normal de trabajo. Esta temperatura es controlada de forma automática por el equipo una vez fijada esta constante. Esta temperatura se suele establecer próxima y no inferior a 3º C., pudiendo esta ser más elevada a la establecida después de efectuar sucesivos análisis.
- Temperatura stand-by del crisol: Establece la temperatura de reposo del crisol. Normalmente, establecida en 100º C, permaneciendo el crisol a esta temperatura en los periodos de tiempo de reposo o en el intervalo de dos análisis.
- Unidad de medida: Permite elegir la unidad en que se expresan los resultados: %CO₂, Carbonatos o milimoles/l.

10.3. Ventana de chequeo de dispositivos

Esta ventana es de gran utilidad para el diagnóstico del Analizador, ya que permite actuar de forma manual sobre todos los elementos integrantes del equipo, sin límite alguno.

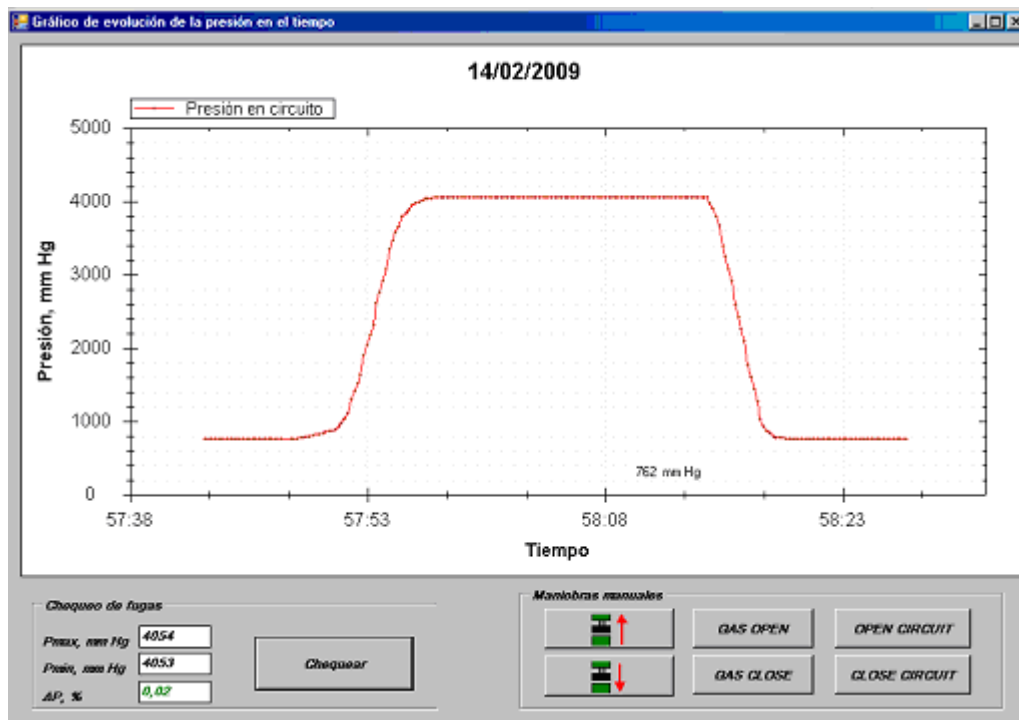
Esto a su vez requiere cuidado y atención por parte del operario, ya que un estado inadecuado de las válvulas durante un largo tiempo puede causar daños en el Analizador o lo que es peor en el personal a cargo.



10.3.1. Chequeo de fugas

Para el funcionamiento correcto del Analizador, es importante que durante el análisis el circuito neumático quede cerrado de forma hermética. No deben existir fugas en la tapa del Crisol ni en el resto de las uniones y componentes por donde pasa el gas al ser arrastrado hasta la celda de CO₂.

Podemos asegurarnos de que todo está en orden, ejecutando la rutina de chequeo de fugas incorporada en el formulario “Chequeo de dispositivos”.



10.4. Procedimiento de linealización:

10.4.1. Linealización primari

El Analizador CO-204 basa su funcionamiento en la absorción no dispersiva por las moléculas de CO₂ de la energía infrarroja, al pasar estas por un camino óptico. Este proceso físico, desde el punto de vista de la relación entre concentración y luz absorbida, es acentuadamente no lineal, obedeciendo a una dependencia exponencial, acorde con la ley de Lambert-Beer.

Dicho de una forma más clara: *no existe una relación lineal entre el voltaje de salida de la celda de medición y la concentración del gas que circula por esta.*

Para resolver este problema es necesario encontrar una expresión matemática que nos ofrezca una relación unívoca entre voltaje de la celda y concentración de CO₂, o lo que

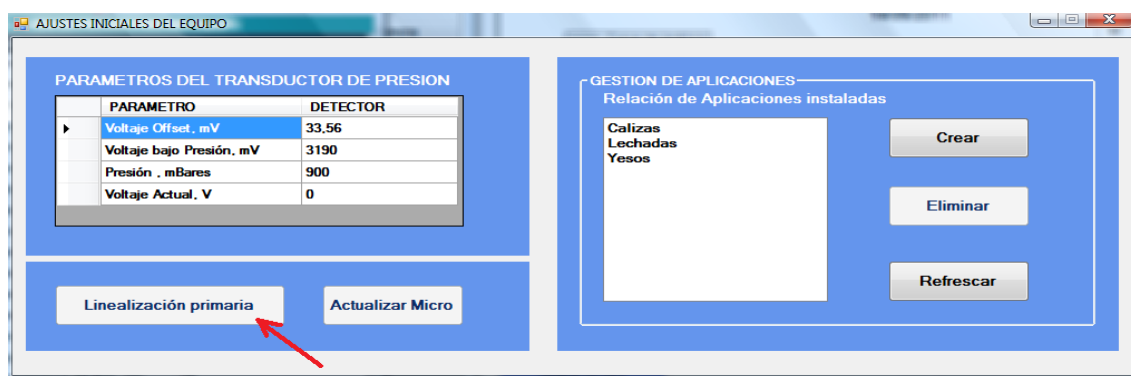
es lo mismo: encontrar la función $C(v)$ para todos los posibles valores de v , que para nuestra celda

$$v = 0 \dots 2,55 \text{ V.}$$

Trataremos de aproximar la curva a una función exponencial que además pase por el origen del sistema de coordenadas, asumiendo que el voltaje de salida de la celda debe ser cero en ausencia de CO_2 .

Para ello, con el bypass activado, pasamos por el equipo cuatro patrones de CaCO_3 , dos con un peso de unos 50 miligramos y los otros dos con un peso de 100 miligramos.

Luego valoramos la repetitividad de los dos grupos de patrones analizados (sus resultados deben ser repetitivos para un mismo peso). En caso de que los análisis de un mismo peso, no sean repetitivos, se hace un tercer análisis y se desecha el peor valor.

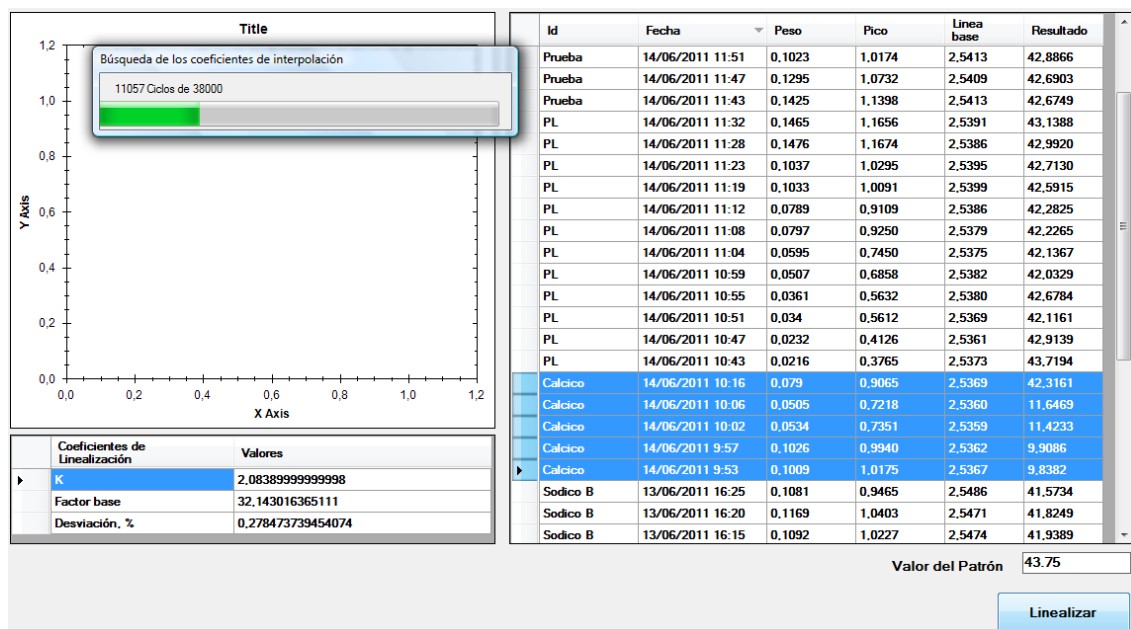


Una vez finalizado el análisis de los patrones, nos vamos al formulario *“Ajustes Iniciales”* y pulsamos sobre el botón *“Linealizar”*. Aparecerá el formulario de *“Linealización primaria”*. Seleccionamos los cuatro patrones y comenzamos el proceso de linealización.

Por razones de seguridad, la ventana “Ajustes Iniciales” no se encuentra accesible de forma explícita desde el menú de usuario, para acceder a ella es necesario hacer doble click sobre una parte vacía de la ventana “Parámetros”.

Durante este proceso, el algoritmo de búsqueda de los coeficientes, encontrará los coeficientes de la expresión exponencial, que mejor se ajusten a nuestra celda, así como una valoración del error de aproximación.

Una vez finalizado este procedimiento, los coeficientes encontrados son transferidos de manera permanente al microcontrolador, y serán utilizados para el cálculo de las áreas en todos los perfiles o aplicaciones definidas por el operario del Analizador.



Este procedimiento de linealización primaria, no debe ser ejecutado por el operario. El Analizador se sirve con la celda linealizada.

10.4.2. Linealización secundaria

Consiste en la búsqueda de los coeficientes de un polinomio cúbico, cuya finalidad es corregir la curva de respuesta del Analizador en dependencia del valor de las áreas. Esto trata de eliminar las alinealidades introducidas por el controlador de flujo, la acción del comparador de nivel, etc.

La linealización secundaria se encuentra disponible para el usuario a través de la ventana de *“Linealización”*, accesible desde el menú principal del programa del equipo.

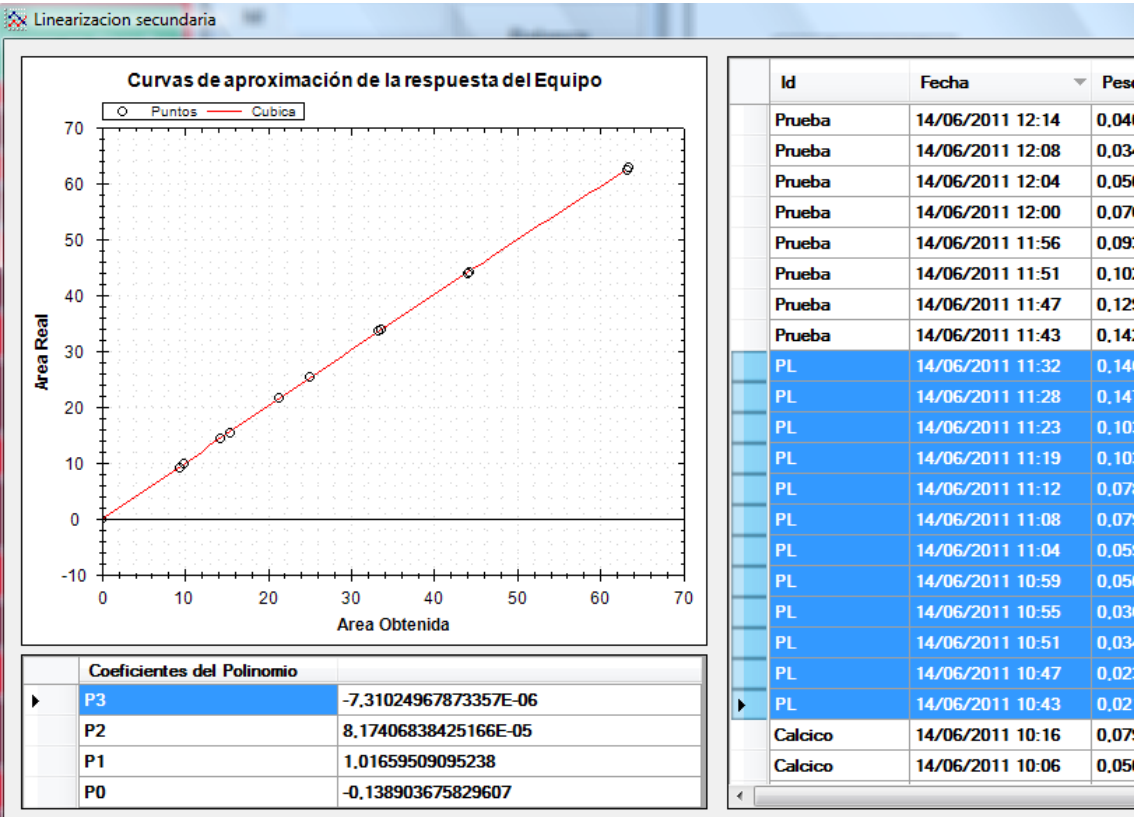
Cuando se decide linealizar el Analizador, lo primero es realizar varios análisis de un patrón (un mínimo de 3 y un máximo de 29). Las pesadas deben ser distintas, de tal forma que quede cubierta toda la curva de voltajes de la celda (desde 0.1 voltios hasta 1.2 voltios).

Hay que destacar, que a diferencia de la linealización primaria, la cual es común para todos los perfiles o aplicaciones definidas en el equipo, la linealización secundaria pertenece a una aplicación determinada. Es decir cada perfil debe contar con su propia linealización secundaria, y su propio coeficiente de calibración.

Esto da mayor flexibilidad, ya que si por ejemplo se habilita un canal para medir muestras con un contenido muy bajo de CO₂, entonces es posible linealizar solo la parte baja, obteniéndose mayor precisión en la aproximación de la curva. Por otra parte, esto se traduce en una mayor cantidad de operaciones a realizar por el operario, sobre todo a medida que aumenta el número de aplicaciones definidas en el equipo.

Cuando se han realizado los análisis de todos los patrones, navegamos a la ventana de *“Linealización”* y seleccionamos todos aquellos que queremos incluir en el cálculo de la curva. Escribimos el valor del patrón en la caja de texto habilitada para ello y pulsamos el botón *“Linealizar”*. De forma casi instantánea aparecen los coeficientes, calculados por el

algoritmo de los mínimos cuadrados, así como la representación gráfica de la curva y los puntos utilizados para la aproximación.



Para validar el proceso de linealización, y los nuevos coeficientes es necesario pulsar el botón “Aplicar”.

Así hemos concluido. El Analizador queda linealizado y calibrado en el perfil actual de trabajo.

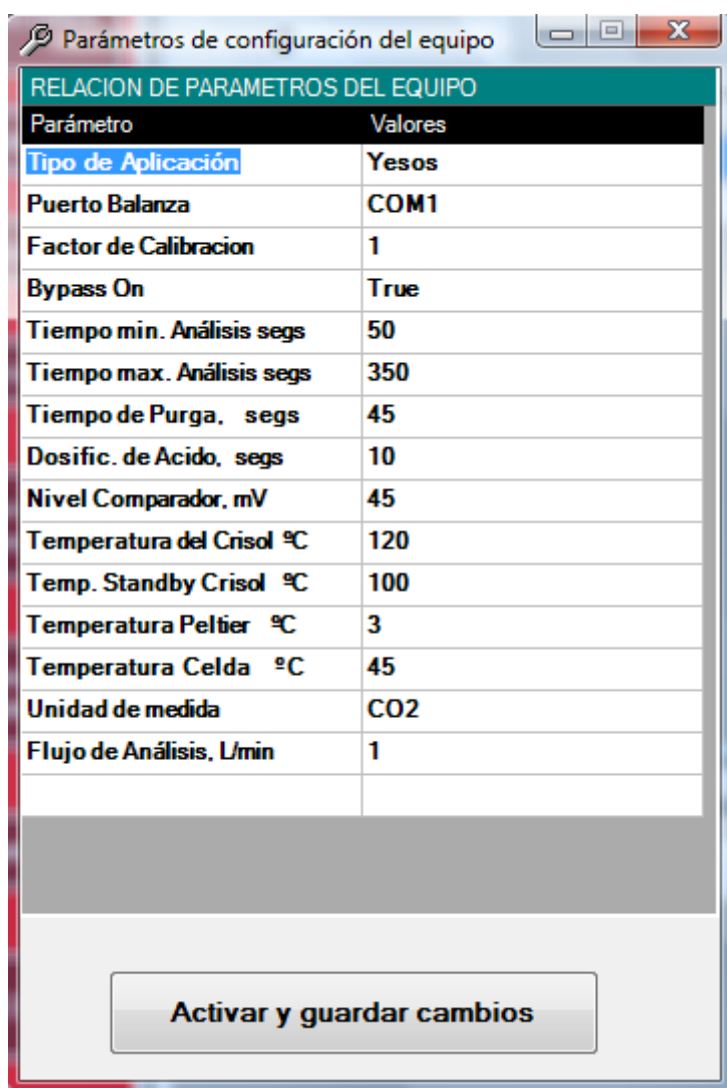
10.5. Calibración

La calibración del equipo se puede realizar de modo manual o semiautomático.

10.5.1. Calibración manual

De manera manual, podemos modificar el coeficiente de calibración directamente en la pantalla de parámetros del Analizador, a la cual se accede desde la pestaña “Configuración” del menú principal.

Aquí podemos ver que el equipo cuenta con un set de parámetros para cada perfil o aplicación de usuario.



Fórmula de cálculo del nuevo coeficiente:

$$\text{Coef_nuevo} = \text{Coef_viejo} \times \text{Patrón} / \text{Resultado};$$

Supongamos que estamos trabajando con un Coef de Calibración de 1.716. Pasamos un patrón de 44 % de CO₂ y obtenemos un resultado de 42.6 %.

Entonces nuestro nuevo coeficiente será:

$$K = 1.716 \times 44 / 42.6 = 1.77.$$

Siempre tenemos que multiplicar por el coeficiente anterior, ya que este fue usado para calcular el resultado del patrón analizado.

10.5.2. Calibración semiautomática:

Para calibrar de modo semiautomático, es necesario acceder a la pantalla de Calibración del equipo mediante la pestaña “Calibración” del menú principal de programa.

En este caso solo hay que seleccionar uno o varios patrones en la tabla con un simple Click de Ratón en la cabecera de las filas, mientras se pulsa la tecla “Control” del teclado y luego escribir el valor del patrón y pulsar el botón “Calibrar”.

Formulario de Calibración

	Id	Fecha	Peso	Pico	Linea base	Resultado
	Dolomita	23/06/2010 9:49	0,1125	0,8671	2,5423	109,3724
	Dolomita	23/06/2010 9:44	0,1099	0,8391	2,5439	108,4631
	Miercoles	23/06/2010 9:34	0,1001	1,3113	2,5430	98,2642
	Miercoles	23/06/2010 9:28	0,0359	0,6803	2,5432	98,5576
	Miercoles	23/06/2010 9:24	0,0376	0,7121	2,5425	96,3488
	Miercoles	23/06/2010 9:19	0,0627	1,0262	2,5419	98,1215
	Miercoles	23/06/2010 9:14	0,0613	1,0162	2,5426	98,4225
	Miercoles	23/06/2010 9:09	0,072	1,1060	2,5429	98,0801
	Miercoles	23/06/2010 9:00	0,0613	1,0193	2,5426	98,7399
	Miercoles	23/06/2010 8:55	0,0717	1,1368	2,5429	98,9466
	Miercoles	23/06/2010 8:50	0,0651	1,0344	2,5418	99,2102
	Miercoles	23/06/2010 8:46	0,0755	1,1676	2,5434	98,4883
	Miercoles	23/06/2010 8:29	0,0623	1,0135	2,5421	99,5227
	Miercoles	23/06/2010 8:24	0,0619	1,0230	2,5425	98,2470
*						

Calibración Actual Valor del Patrón

10.6. VENTANA DE RECÁLCULO DE ANALISIS

Una vez realizado un análisis, mediante esta opción podemos efectuar un reprocesado de las señales que se tomaron en el momento de analizar dicha muestra, obteniéndose un resultado en función de los parámetros vigentes en el momento de efectuar el recálculo (factor de calibración comparador de nivel, número de muestras, etc.)

Mediante este recálculo, el equipo representa en pantalla la grafica del análisis a recalcular en función de los datos almacenados. Dicha gráfica podrá ser ligeramente diferente a la grafica obtenida originalmente en función del ajuste de la constante de comparador de nivel y del número de muestras representadas en pantalla. Por otro lado, el equipo imprimirá en pantalla los resultados correspondientes al recálculo efectuado, pudiendo diferir esos resultados con respecto a los resultados obtenidos originalmente, si se hubiese efectuado una nueva calibración o hubiese variado el valor del comparador de nivel.

Formulario de recálculo				
Análisis	Fecha	Peso	Pico	Resultado Recalculado
Lin1	10/06/2010 13:50:44	0.0763	1.2307	96,378
Lin1	10/06/2010 13:54:10	0.0128	0.3797	96,951
20 gramos/l	14/06/2010 8:57:42	0.6803	0.4225	2,264
20 gramos/l	14/06/2010 9:01:40	0.8139	0.4739	2,264
20 gramos/l	14/06/2010 9:07:01	0.6554	0.2085	2,281
20 gramos/l	14/06/2010 9:11:24	0.7305	0.2419	2,314
20 gramos/l	14/06/2010 9:15:18	0.6699	0.2753	2,314
20 gramos/l	14/06/2010 9:19:43	0.7315	0.2239	2,307
20 gramos/l	14/06/2010 9:23:43	0.7664	0.4816	2,270
20 gramos/l	14/06/2010 9:28:13	1.169	0.5209	2,273
20 gramos/l	14/06/2010 9:33:00	2.3201	0.8038	2,267
20 gramos/l	14/06/2010 9:39:34	2.2456	0.5094	2,283
20 gramos/l	14/06/2010 9:44:37	3.5006	1.0307	2,240
20 gramos/l	14/06/2010 9:50:06	4.6606	1.1677	2,233
20 gramos/l	14/06/2010 9:55:37	5.6619	1.2455	2,219
20 gramos/l	14/06/2010 10:02:40	2.3381	0.4559	2,275
20 gramos/l	14/06/2010 11:10:23	0.887	0.4794	2,269
20 gramos/l	14/06/2010 11:43:22	0.7016	0.383	2,288
Prueba	15/06/2010 14:03:57	0.0358	0.7509	96,423
Prueba	15/06/2010 14:07:55	0.0529	0.9944	95,057
Prueba	15/06/2010 14:12:25	0.0567	0.9904	96,119
Prueba	15/06/2010 14:16:06	0.0317	0.7104	96,626
Prueba	15/06/2010 14:20:08	0.0627	1.0573	95,091

10.7. Fin de sesion

Esta opción se utiliza para que el equipo permanezca en situación de reposo durante periodos de tiempo prolongados. En esta posición todos los dispositivos del analizador están desactivados (temperatura crisol, enfriador, electroválvulas, ventiladores) excepto el control de temperatura del oven y la celda de infrarrojo.

10.8. Salir del sistema

Esta opción, efectúa la salida al sistema operativo del ordenador de control del analizador, quedando todos los controles del mismo desactivados y funcionando dicho ordenador como autónomo.

11. Aplicaciones

La utilización de este analizador, puede estar presente para la determinación de carbonatos en distintos materiales y en sus diversos tratamientos.

Las muestras que se pueden analizar, entre otras, son:

11.1. Carbones:

Nos permite establecer la cantidad de carbón inorgánico asociado a la materia mineral, pudiendo esta ser repercutida sobre el porcentaje real de materia volátil del carbón.

11.2. Mezclas de carbón con absorbentes:

Se puede utilizar en procesos de combustión en lechos fluidizados de mezclas de carbones y absorbente que contienen carbonatos (calizas y dolomías) con objeto de limitar las emisiones de compuestos de azufre.

11.3. Análisis de cenizas:

Cuando se efectúan combustiones en lechos fluidizados con utilización de absorbentes para retención de azufre o la inyección de estas en hogares y conductos de sistemas de combustión de carbón pulverizado genera ceniza, en las cuales, se puede distinguir entre el carbono procedente de los inquemados del carbón y el derivado de la calcinación incompleta del absorbente, pudiendo efectuar determinaciones del rendimiento de la combustión.

11.4. Control químico de minerales:

En procesos de industriales de extracción de calizas o dolomías, para determinar concentraciones y purezas.

11.5. Procesos de calcinación:

Mediante la determinación de contenidos de dióxido de carbono, podemos conocer el grado de calcinación en procesos industriales dedicados a la obtención de cal, hidróxido cálcico, cementos, etc...

11.6. Lechadas y calizas

Una de las principales aplicaciones para las que se diseñó este equipo, fue para la determinación de CaCO_3 en lechadas y calizas en los procesos de desulfuración de las centrales térmicas.

12. Mantenimiento del analizador

12.1. Celda de infrarrojos

12.1.1. Principio de funcionamiento

La cuantificación en este analizador se efectúa mediante una celda de infrarrojo. El principio de funcionamiento de dicha celda se basa en una fuente de emisión infrarroja, constituido por un diodo infrarrojo, que al aplicarle una tensión (aprox. 6,5 voltios) produce una emisión de energía en el espectro infrarrojo. En el extremo opuesto de la celda, se encuentra el detector de infrarrojo, el cual responde a los cambios de energía recibidos por el mismo. De esta forma, los gases a cuantificar circulan por un camino óptico entre emisor y detector, de tal forma que al absorber el CO₂ desprendido de la muestra la radiación infrarroja, diferentes concentraciones de CO₂ en la celda, producen diferentes niveles de excitación del detector y consecuentemente, después de ser amplificada y procesada la señal producida por el detector, se producen distintos niveles de salida en la celda de infrarrojos.

La importancia del mantenimiento de flujos de análisis en el analizador, radica en la configuración del analizador en línea del equipo. Es decir, se efectúa una cuantificación en tiempo real del CO₂ desprendido por la muestra, ejecutándose el arrastre del mismo mediante un flujo constante de N₂, siendo de vital importancia la estabilidad y constancia del flujo de análisis.

Para conseguir que dicho flujo permanezca en las condiciones óptimas de análisis, se deben tener en cuenta las siguientes indicaciones:

- **CADA SEMANA:**
 - Efectuar una revisión del estado de las juntas de silicona que se encuentran en la cabeza del pistón.
 - Revisar el estado de las juntas tóricas del tubo de anhidrona.

- **ANTES DE UNA SESIÓN DE TRABAJO**

- Comprobar el estado de los reactivos y sustituirlos si fuese necesario.
- Comprobar la hermeticidad del circuito de análisis mediante un chequeo de fugas.
- Comprobar en el monitor de ambiente del equipo que todos los parámetros estén en valores correctos.

12.2. Mantenimiento de la bomba peristáltica

La bomba peristáltica, debido al rozamiento y deformación continua a la que están sometidos los tubos de las mismas, es necesario efectuar revisiones periódicas del estado de dichos tubos. Tras periodos largos de utilización, dichos tubos pueden estar agrietados o presentar envejecimiento del material (deformación), lo que se traduce en una mala dosificación o irregularidades en las mismas.

Para mantener la bomba en perfecto estado, se deben tener en cuenta las siguientes premisas:

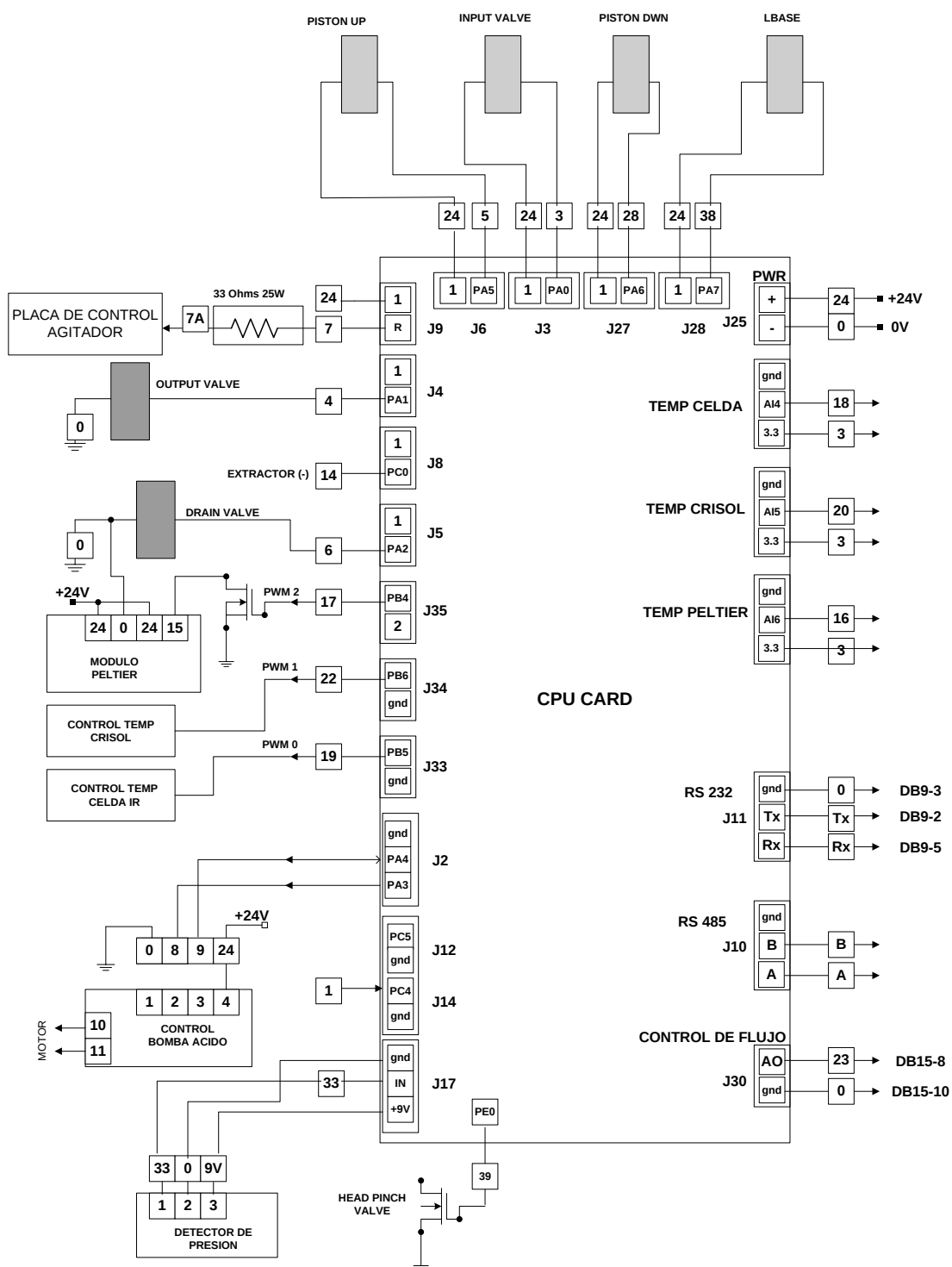
- Revisar el estado del tubo de goma, sustituyéndolo al menor indicio de rotura o deformación.
- Revisar el estado de los rodillos de fricción, sustituyendo estos si se notase alguna alteración.
- Comprobar el buen funcionamiento del motor de impulsión, efectuando la sustitución de las escobillas periódicamente.

NOTA: Nunca colocar en una bomba peristáltica un tubo de dosificación distinto de los originales

13. Esquemas electronicos del analizador

13.1. Interconexiones placa de control

ANALIZADOR CO-202 USB. INTERCONEXIONES DE LA PLACA DE CONTROL



13.2. Control de la temperatura (oven + celda IR)

DIAGRAMA ELECTRICO DEL MODULO DE MEDIDA (OVEN + CELDA IR)

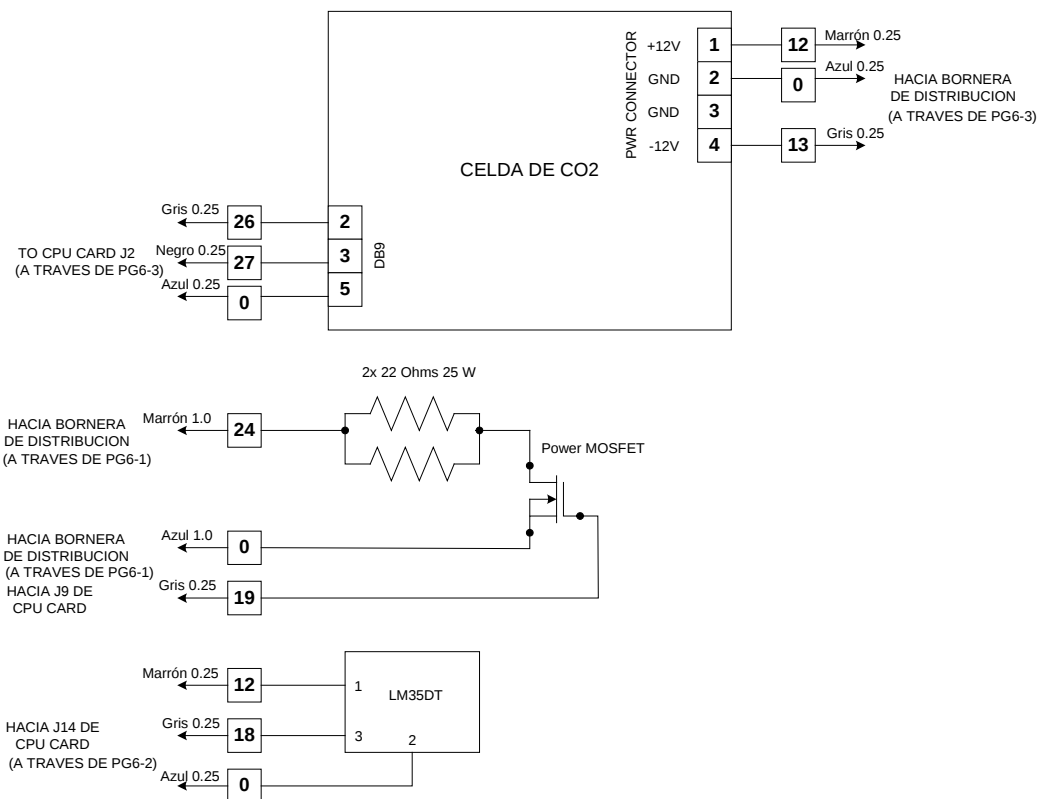
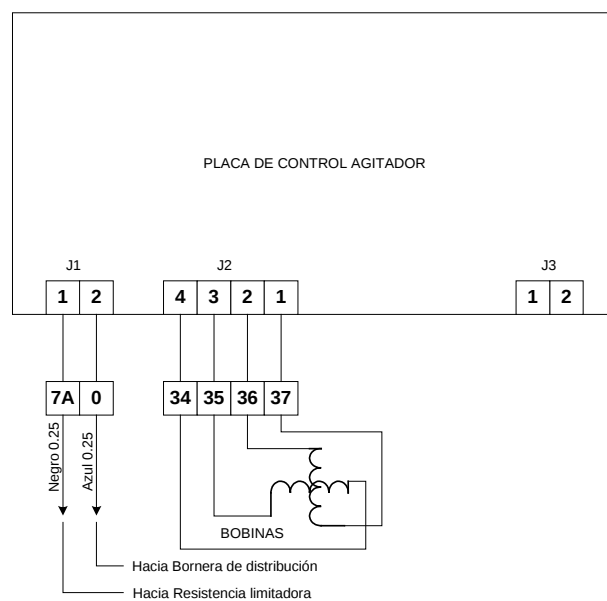
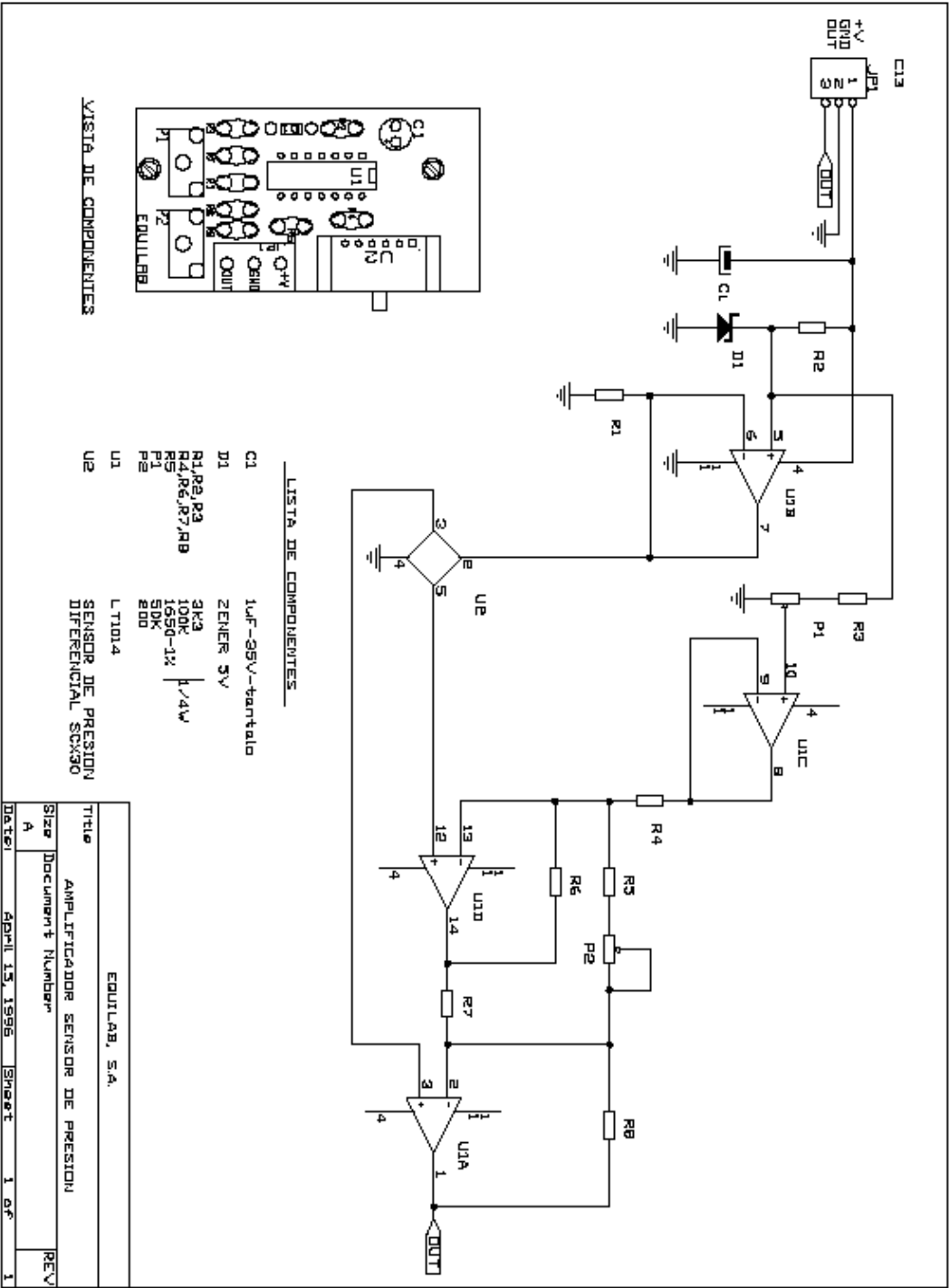


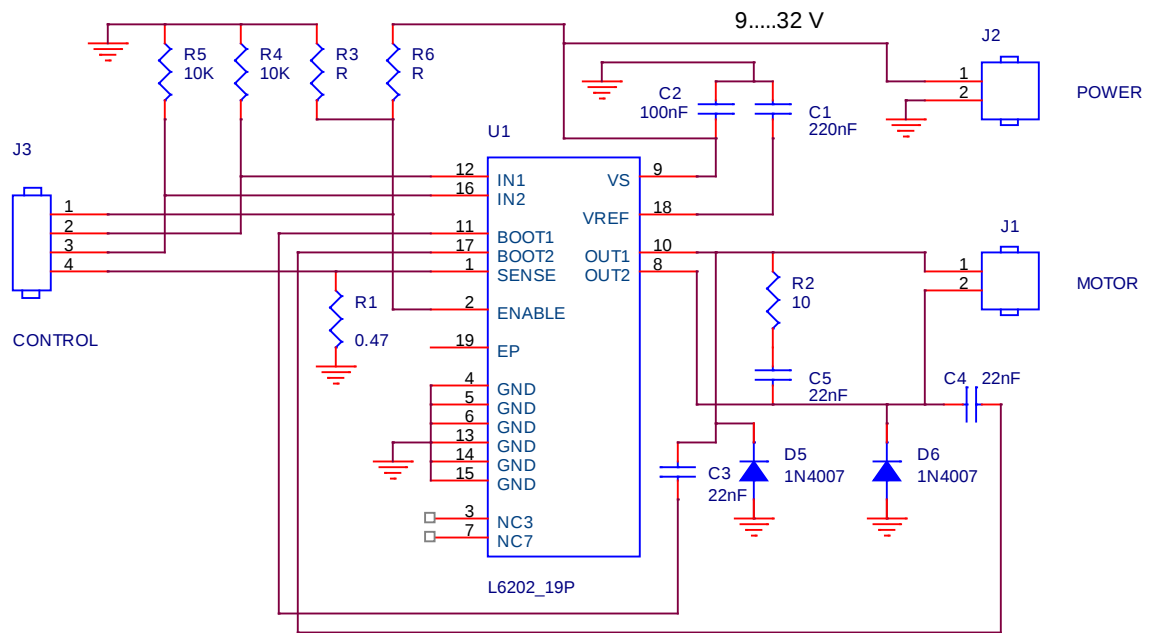
DIAGRAMA ELECTRICO DEL MODULO DE AGITACION DE LA MUESTRA



13.3. Diagrama del detector de presión



13.4. Diagrama del módulo de control de la bomba de ácido



14. Anexos

14.1. Preparación de la disolución ácida

Para el funcionamiento del Analizador CO-204, este necesita una disolución compuesta por $\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{O}$, donde el agua debe ocupar aproximadamente el 70% del volumen total obtenido después de la mezcla.

Se debe usar Ácido fosfórico puro (85%) y agua destilada o desmineralizada.

Preparación de un litro de disolución:

1. Echar 700 ml de H_2O en un matraz de 1000 ml
2. Añadir H_3PO_4 lentamente hasta rellenar el matraz. Se recomienda el rellenado en varias sesiones, para evitar el sobrecalentamiento de la disolución.

14.2. Preparación de disoluciones de calibración

Para calibrar y linearizar el equipo podemos usar Carbonato cálcico puro, con pequeñas pesada (0,03...0,15 gr), pero es más cómodo y fiable hacerlo con una disolución patrón de Carbonato sódico disuelto en agua.

Datos:

Matraz de 100 ml

Volumen de disolución: 100 ml

Patrón primario: Carbonato sódico (Na_2CO_3)

Peso molecular: 105,99 g

Peso molecular CO_2 : 44 g

Masa disolución = B – A

A = Peso en gramos del matraz vacío

B = Peso en gramos del matraz lleno

Fórmula:

$$\% CO_2 = \frac{g Na_2CO_3 \frac{Pm CO_2}{Pm Na_2CO_3}}{masa de disolución} \times 100$$

Ejemplo 1:

Concentración aproximada: 1,45 % de CO_2

$$Na_2CO_3 = 3,6135$$

$$A = 60,6101 \text{ g}$$

$$B = 162,3417 \text{ g}$$

$$B - A = 101,7316 \text{ g}$$

$$\% CO_2 = \frac{3,6135 \text{ g} \frac{44}{105,99}}{101,7316} \times 100 = 1,47 \% CO_2$$

Ejemplo 2:

Concentración aproximada: 0,8 % de CO_2

$$Na_2CO_3 = 1,9278 \text{ g}$$

$$\% CO_2 = \frac{1,9278 \text{ g} \frac{44}{105,99}}{\text{masa disolución}} \times 100 = \dots \% CO_2$$

Ejemplo 3:

Concentración aproximada: 3 % de CO_2

$$Na_2CO_3 = 7,2265 \text{ g}$$

$$\% CO_2 = \frac{7,2265 \text{ g} \frac{44}{105,99}}{\text{masa disolución}} \times 100 = \dots \% CO_2$$



Equilab, S.A.

Avda. Camino de lo Cortao, 21 – Nave 6

28703 – San Sebastián de los Reyes – MADRID – SPAIN

Tel: +34 91 661 00 22 / Fax: +34 91 661 81 46

www.equilab.es / equilab@equilab.es / info@equilab.es