

Descripción del diseño, construcción y ajuste del sistema de dosificación para realizar titulaciones automáticas.

Description of the design, construction and adjustment of the dosing system for automatic titrations

Edwin Jhovany Álzate Rodríguez, José William Montes Ocampo, Robín Mario Escobar Escobar
Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira, Risaralda, Colombia
jhvalz@utp.edu.co
wizac@utp.edu.co
romaes@utp.edu.co

Resumen— Este documento hace una descripción de los componentes utilizados para construir un sistema de dosificación para realizar titulaciones automáticas. Así, como el ajuste del sistema para su funcionamiento.

Palabras claves— componentes, sistema, construir, descripción, dosificación, ajuste, funcionamiento, titulaciones.

Abstract— This document describes the components used to build a dosing system for automatic titrations. Thus, as the adjustment of the system for operation.

Key Word— components, system, building, description, dosage adjustment, operation, qualifications.

I. INTRODUCCIÓN

En el análisis químico cuantitativo, el objetivo fundamental es la determinación de la concentración en una muestra de un componente de interés denominado analito. Una de las técnicas más empleadas es la volumetría, esencialmente consiste en la medición del volumen de una solución de un reactivo (valorante) necesario para completar la reacción con el analito, la mayor dificultad consiste en establecer en qué punto la reacción se ha completado sin exceso del reactivo valorante o del analito, denominado punto de equivalencia. La determinación del punto final de la valoración (o titulación) se hace monitoreando el cambio en una propiedad de la solución, en valoraciones de ácidos y bases la propiedad que se modifica es el pH, y en las reacciones de oxidación-reducción la transferencia de electrones provoca un cambio en el potencial eléctrico.

Las titulaciones manuales las realiza el analista de laboratorio dosificando el reactivo valorante mediante un instrumento volumétrico hasta que percibe el punto final (usando reactivos o equipos como potenciómetros) y

entonces detiene la adición; este proceso está muy ligado a la subjetividad y errores sistemáticos, lo que se traduce en la determinación errónea de la concentración.

Los tituladores automáticos adicionan el volumen del valorante a la solución que contiene la muestra mientras monitorean el potencial, registrando los valores de potencial y volumen dosificado. Estos equipos se han usado desde hace varios años y han sufrido evoluciones importantes en cuanto a la sensibilidad, precisión y exactitud de las medidas, así como del diseño. Sin embargo su uso no se ha generalizado como se esperaría debido en gran parte al costo de los equipos distribuidos por muchos fabricantes de instrumentación química [1].

En este proyecto se diseñó y construyó un sistema dosificador utilizando componentes de bajo costo y realizando un ajuste al sistema para su correcto funcionamiento.

II. CONTENIDO

A. SISTEMA DE DOSIFICACIÓN

El sistema dosificador es el encargado de la adición y medición de la solución de valorante, esta se efectúa realizando dosificaciones de volúmenes consecutivos hasta que se alcanza el punto final.

Se seleccionó un sistema de dosificación basado en una jeringa de vidrio, en el cual el émbolo conectado a una cremallera mecánica es empujado por medio de un motor a través de un juego de piñones para cargar la solución y dosificarla. Se emplean dos válvulas unidireccionales: una para la succión del recipiente de valorante y una para la descarga.

En la Figura 1 se muestra el equipo titulador automático completo.



Figura 1. Equipo Titulador Automático.
Fuente. Realizada por los autores.

B. COMPONENTES DEL SISTEMA DOSIFICADOR

A continuación se realizará la descripción de todos los elementos que hacen parte del sistema de dosificación.

Válvula de carga. Está fijada al recipiente del valorante, permite el paso del líquido al sistema de dosificación cuando la jeringa está en “succión” y evitando que la solución se devuelva en la “descarga” (Figura 2).



Figura 1. Válvula de carga del valorante.
Fuente. Realizada por los autores.

Válvula de dosificación. Situada en una cánula de descarga, habilita el paso de la solución hacia el recipiente de reacción e impide que en la “succión” ingrese aire al sistema (Figura 3).



Figura 2. Válvula dosificadora.
Fuente. Realizada por los autores.

Jeringa. Con una estructura en vidrio borosilicato, resiste al ataque por las soluciones que se emplean en la titulación, es la encargada del impulsar el líquido a través del sistema de dosificación (Figura 4).



Figura 4. Jeringa de vidrio.
Fuente. Realizada por los autores.

Mangueras y válvula de tres vías. Este sistema de conducción de fluido conecta las válvulas de carga y descarga a la jeringa (Figura 5).



Figura 3. Mangueras y válvula de tres vías.
Fuente. Realizada por los autores.

Soporte de la jeringa. En esta estructura se fija la jeringa de vidrio, fabricada en EMPACK, proporciona soporte y resistencia química a los ácidos y bases, así como facilidad para desarmar el sistema para su limpieza (Figura 6 y 7).

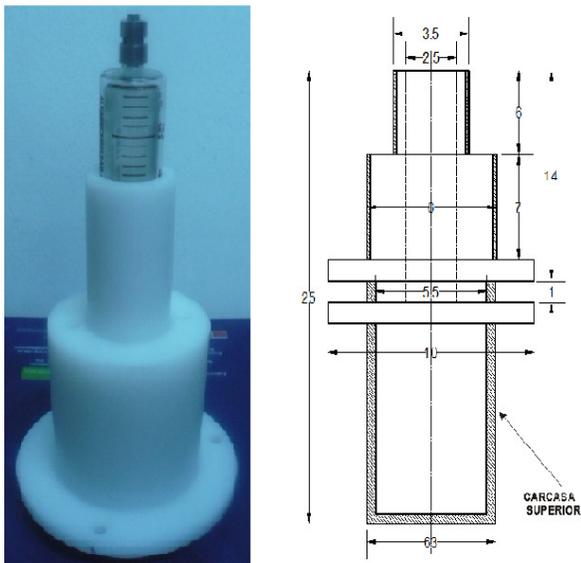


Figura 4. Soporte de la jeringa. Vista Frontal.
Fuente. Realizada por los autores.

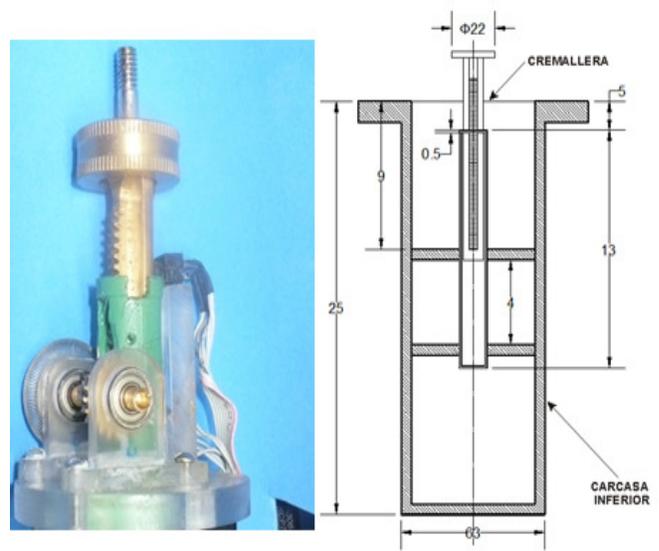


Figura 8. Carcasa Inferior con guía de cremallera. Vista Frontal.
Fuente. Realizada por los autores.



Figura 5. Soporte de la jeringa. Vista interior.
Fuente. Realizada por los autores.

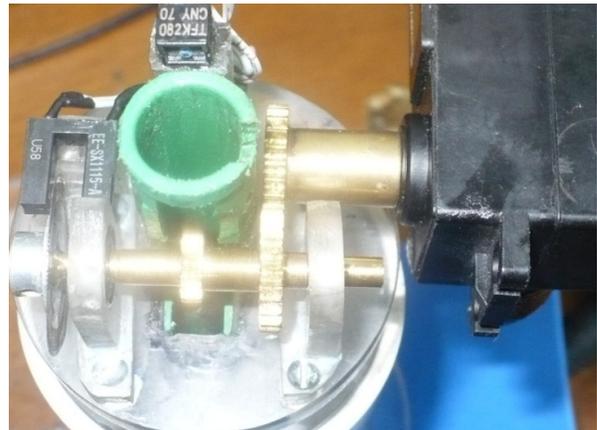


Figura 9. Carcas Inferior con piñones, servomotor y encoder.
Fuente. Realizada por los autores.

Carcasa Inferior. En su interior se ajusta la guía de la cremallera (Figura 8), se fija el servomotor y el sistema de transmisión conformado por piñones y los sensores para los límites del recorrido y el encoder para medición del volumen (Figura 9 y 10).



Figura 10. Carcas Inferior con servomotor en soporte.
Fuente. Realizada por los autores.

Sistema de piñones. Ubicados en el eje del servomotor y se usan para la transmisión del movimiento a la cremallera (Figura 11).



Figura 11. Sistema de transmisión del movimiento.
Fuente. Realizada por los autores.

Cremallera. Es la encargada del desplazamiento del émbolo de la jeringa, transforma el movimiento rotacional entregado por los piñones en movimiento vertical para realizar la dosificación (Figura 12).

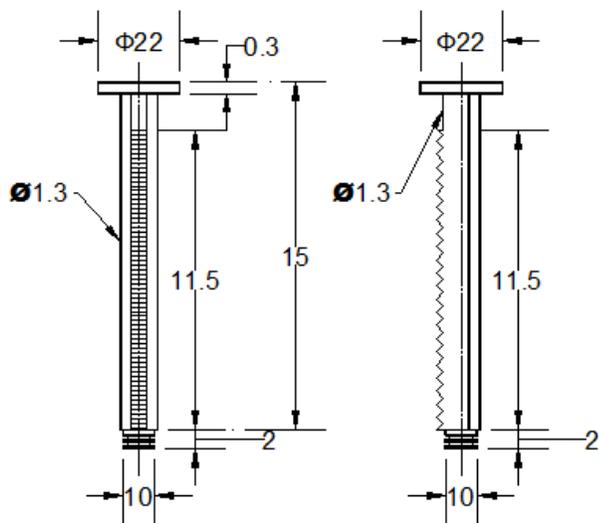


Figura 12. Cremallera.
Fuente. Realizada por los autores.

Acople de la jeringa. Es el mecanismo que permite unir la cremallera con el émbolo de la jeringa, posibilita el desmontaje de la jeringa para su limpieza (Figura 13).



Figura 13. Acoples de la jeringa a la cremallera.
Fuente. Realizada por los autores.

Resorte de soporte. Se dispone de un resorte para el émbolo, ya que su peso más la resistencia del sistema representa una alta carga para el motor que a bajas velocidades no entrega un torque significativo (Figura 14).



Figura 14. Acoples de la jeringa a la cremallera.
Fuente. Realizada por los autores.

Servomotor. El servomotor empleado es un TS-80 DUAL-BB GIANT SCALE fabricado por Tower Hobbies (Figura 15).



Figura 15. Servomotor para el sistema de dosificación.
Fuente. [5].

Es un servomotor de alto torque debido a la elevada carga mecánica de todo el sistema de dosificación, sus características más importantes son:

Alimentación: + 5 V

Torque: 343 oz-in (24.7 kg-cm)

Velocidad: 0,14 s/60 °

Señal de pulso: control mediante pulso positivo

A continuación se describen los componentes necesarios para el control del servomotor:

Circuito de Alimentación. El control del servomotor se hizo mediante Modulación por Anchura de Pulso, PWM (Pulse Width Modulation), los pulsos generados por el microcontrolador alimentan un sistema de puente H. Se hizo necesario utilizar un puente externo diferente al que viene integrado en el servomotor a causa de la poca corriente que circula a las bajas velocidades que requiere el dosificador, haciendo que el torque del motor no fuera suficiente para mover el sistema. En la Figura 16 se muestra el circuito empleado.

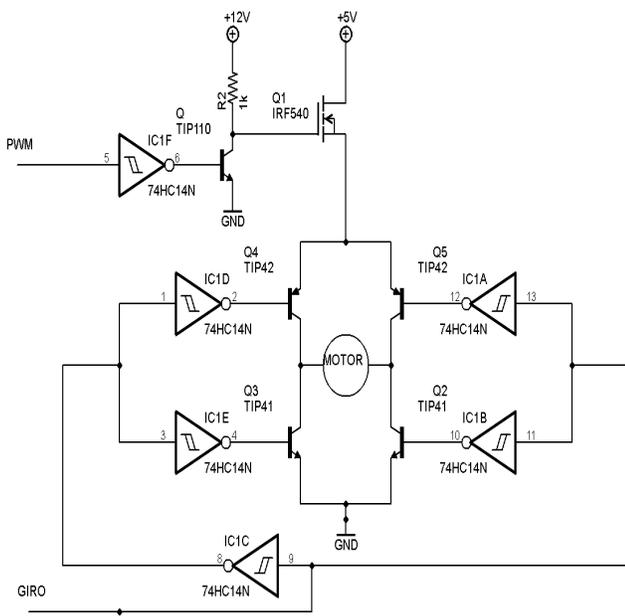


Figura 16. Circuito de puente para control del servomotor. Fuente. Realizada por los autores.

Para el control del servomotor se requiere de la señal que determinará el sentido de giro, para subir o bajar el émbolo mecánico.

Para la alimentación del circuito fue necesaria una fuente independiente de 5 V que provee una corriente mayor a 2 A, debido a que la alta demanda de corriente para el funcionamiento del motor provocaba caídas e interrupciones en la alimentación de los demás circuitos.

Control de Posición. El sistema original del servomotor trabaja únicamente en 270°, y para el recorrido completo del émbolo mecánico es necesario que el eje gire más de dos vueltas completas, por lo que se requirió retirar el control mediante el potenciómetro con que cuenta el motor de fábrica y el tope mecánico interno (para permitir que pueda girar más de 360°).

Para determinar la posición del eje del motor que determina el recorrido realizado por el émbolo se ha dispuesto un encoder incremental. Un disco ranurado se ha colocado en el eje del motor y se ubicó sobre él un par emisor- receptor para generar ondas cuadradas que servirán para “contar” las posiciones de giro del motor y por tanto determinará el volumen suministrado.

El sensor infrarrojo empleado es un OMRON EE-SX1115, con un circuito de acondicionamiento igual al usado en el tope inferior del émbolo. La señal eléctrica detectada, para generar impulsos correctamente cuadrados y sin interferencias, debe ser procesada electrónicamente, por tanto se emplea un inversor tipo schmitt trigger (DM74LS14N), con un condensador para filtrar la señal. El esquema se muestra en la Figura 17.

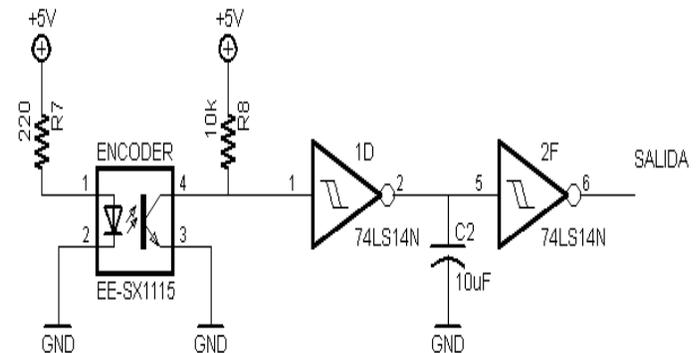


Figura 17. Acondicionamiento del encoder para generar los pulsos cuadrados.

Fuente. Realizada por los autores.

Límites del recorrido del émbolo mecánico. Como se han retirado del servomotor los topes mecánicos, es necesario utilizar un sistema de sensores para que se genere una señal que indique los puntos límites para que el motor no pueda llevar más allá al émbolo del sistema mecánico. Se ubicaron dos sensores infrarrojos, uno en la parte superior y otro en el punto más bajo del recorrido del émbolo dentado para indicar el punto en el que se debe cambiar el sentido de giro del servomotor.

Para el límite superior se utilizó un sensor infrarrojo superior CNY70, este es un sensor óptico reflectivo que posee el emisor de luz y el detector en la misma dirección, de manera que sensa la presencia de un objeto usando el haz de luz reflejado en el objeto (Figura 18).

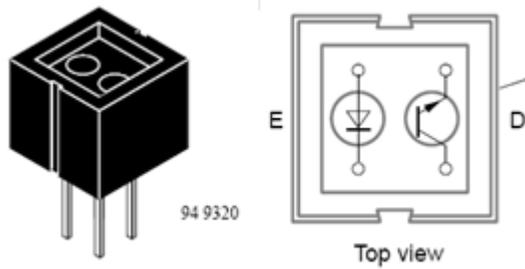


Figura 18. Sensor óptico CNY70
Fuente. [6].

En la Figura 19 se muestra el diagrama esquemático del acondicionamiento del sensor.

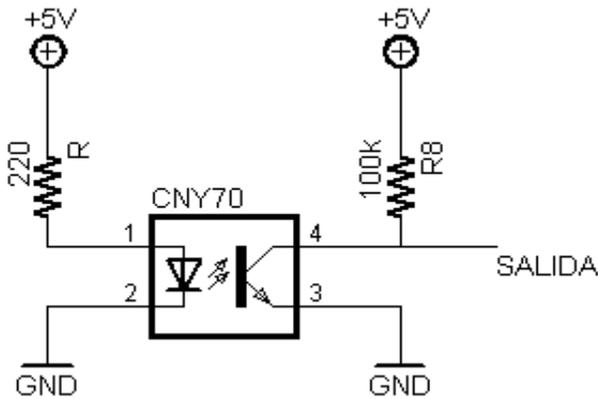


Figura 19. Circuito de acondicionamiento del sensor CNY70
Fuente. Realizada por los autores.

El circuito entrega un nivel alto cuando el haz no refleja y un nivel bajo cuando se detecta un material reflectante. Se dispuso una línea de color negro sobre el pistón que sirve como material no reflectante. Si la señal se quiere introducir a un microcontrolador es conveniente hacer pasar las salidas a través de un circuito trigger schmitt que conforme las señales, por lo tanto se pasa la señal del sensor a través de dos compuertas NAND para mantener la lógica del circuito y corregir el efecto de potenciales bajos o altos fluctuantes que no puedan ser interpretados como “alto” o “bajo” por el microcontrolador. Se empleó un integrado SN74HC00N por ser de muy rápida respuesta, tal como se ilustra en la Figura 20.

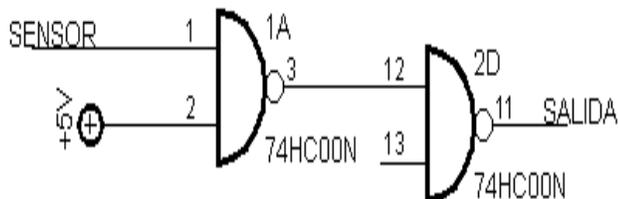


Figura 20. Compuertas lógicas para el sensor óptico
Fuente. Realizada por los autores.

Con esta configuración, si el sensor no detecta el fin del recorrido, la salida del 74HC00N está en alto y al llegar al punto del tope, estará en bajo.

Para el límite o tope inferior se empleó un fotomicrosensor transmisor marca OMRON (EE-SX1115), a diferencia del empleado para el tope superior, en este el emisor y el receptor están alineados, de manera que detecta la presencia del objeto cuando se interrumpe el paso de la luz infrarroja. En la Figura 21 se muestra la apariencia física del sensor y su circuito interno.

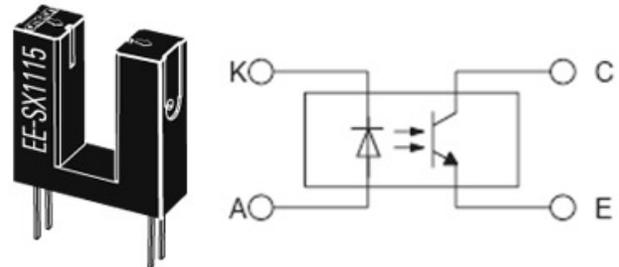


Figura 21. Sensor infrarrojo OMRON EE-SX1115
Fuente: Datasheet OMRON EE-SX1115 [2].

El acondicionamiento es similar al del sensor óptico CNY70 (Figura 22).

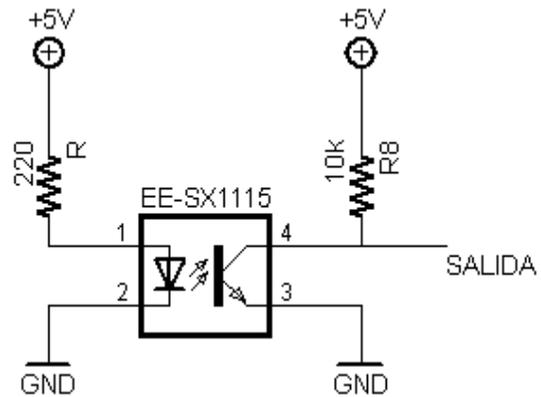


Figura 22. Acondicionamiento del sensor inferior.
Fuente. Realizada por los autores.

Este circuito entrega un nivel bajo cuando no hay ninguna interrupción entre el emisor y el receptor y cuando existe un objeto entrega un nivel alto. De igual manera se lleva la señal a una compuerta NAND (Figura 23).

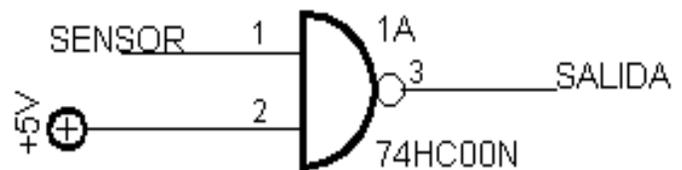


Figura 23. Compuerta lógica para el sensor del límite inferior.
Fuente. Realizada por los autores.

Con la introducción de la compuerta lógica, si no se ha alcanzado el límite inferior el circuito entregará un nivel alto y cuando se interrumpa el haz, hay un nivel bajo.

La Figura 24 muestra la ubicación del encoder y el sensor superior.



Figura 24. Sensor del encoder y límite superior del recorrido
Fuente. Realizada por los autores.

C. AJUSTES INICIALES DEL DOSIFICADOR.

Es necesario establecer la relación existente entre la señal digital enviada por el sensor encargado de la medición del volumen (encoder) y el volumen dosificado. En esencia la señal consiste en un tren de pulsos cuadrados con un periodo que depende de la velocidad con la que gire el disco ranurado y cada pulso es correspondiente con un desplazamiento lineal del émbolo, que a su vez equivale a una porción de volumen dosificado. Por tanto, se requiere determinar cada pulso a qué cantidad de volumen corresponde.

Para el ensayo se empleó el método gravimétrico de medición del volumen [3], el cual consiste en pesar la cantidad de fluido y por medio de la densidad del mismo, calcular el volumen. Se empleó agua destilada como fluido de referencia ya que su densidad como función de la temperatura es bien conocida. En un recipiente (beaker) previamente pesado se recibe la cantidad de agua (a una temperatura medida) y se pesa nuevamente en la balanza. Los materiales y patrones de referencia empleados se resumen a continuación:

- Agua destilada
- Termómetro digital: resolución 0,1 °C
- Balanza analítica: 0,0001 g

Para hacer la calibración del sistema dosificador se tomaron diferentes puntos en la escala del recorrido completo del émbolo (alrededor de 10 mL). Los resultados se muestran en la Tabla I.

masa vacío (g)	masa final(g)	Temperatura (°C)	pulsos
51,1044	52,3373	21,7	20
49,5628	51,6124	21,7	30
51,1045	53,4981	21,7	39
51,1038	54,8757	21,7	60
49,5649	54,5686	21,7	80
49,5630	54,9504	21,6	85
49,5633	55,6994	21,7	100
51,1036	57,8184	21,7	105

Tabla I. Ensayo para la determinación de la relación entre los pulsos y el volumen dosificado.

Fuente. Realizada por los autores.

Usando una Tabla de densidades del agua como función de la temperatura [3] se calcula el volumen dosificado, para la primera fila de la Tabla I, la densidad del agua a 21,7 °C es 0,9978571 g / mL y el volumen dosificado es:

$$volumen = \frac{52,3373 \text{ g} - 51,1044 \text{ g}}{0,9978571 \text{ g/mL}} = 1,2355 \text{ mL} \tag{1}$$

Usando la ecuación (1) se calculan los volúmenes de los demás datos de la Tabla I y los resultados se muestran en la Tabla II.

Tabla II. Volumen dosificado como función de los pulsos del encoder.

masa vacío (g)	masa final(g)	Temperatura (°C)	pulsos	densidad agua (g/mL)	volumen (mL)
51,1044	52,3373	21,7	20	0,9978571	1,2355
49,5628	51,6124	21,7	30	0,9978571	2,0540
51,1045	53,4981	21,7	39	0,9978571	2,3987
51,1038	54,8757	21,7	60	0,9978571	3,7800
49,5649	54,5686	21,7	80	0,9978571	5,0144
49,563	54,9504	21,6	85	0,9978794	5,3988
49,5633	55,6994	21,7	100	0,9978571	6,1493
51,1036	57,8184	21,7	105	0,9978571	6,7292

Fuente. Realizada por los autores.

A partir de los datos de la Tabla II, se construye una gráfica (Figura 25) del volumen dosificado como función de los pulsos del encoder.

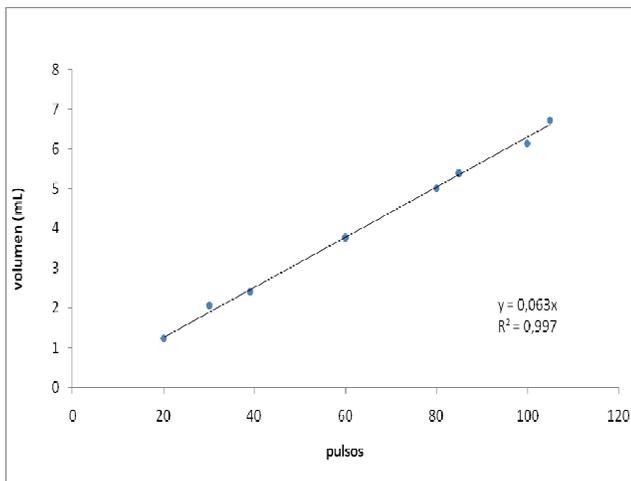


Figura 25. Relación entre el volumen dosificado y los pulsos del encoder

Fuente. Realizada por los autores.

Del ajuste por mínimos cuadrados (regresión por cero) se obtiene el volumen equivalente a cada pulso:

$$\frac{0,063 \text{ mL}}{\text{pulso}} \quad (2)$$

La repetibilidad en la medida del volumen se obtiene mediante la desviación estándar (δm) en la determinación de la pendiente de la gráfica de regresión lineal [4]:

$$\delta m = \sqrt{\frac{m^2}{(n-2)} \left[\frac{1}{r^2-1} \right]} \quad (3)$$

Donde: m = pendiente de la recta
 r = coeficiente de correlación
 n = número de puntos de la recta

Sustituyendo los valores en la ecuación (3):

$$\delta m = \sqrt{\frac{0,063^2}{(8-2)} \left[\frac{1}{0,9976-1} \right]} = 0,00126 \text{ mL/pulso} \quad (4)$$

III. CONCLUSIONES

La revisión de los fundamentos de las titulaciones potenciométricas permitió identificar las necesidades para el desarrollo del proyecto. Se definieron entonces las funciones fundamentales que debe cumplir un titulador

automático para tener valor a la hora de realizar análisis volumétricos.

El sistema de dosificación que se construyó permite realizar mediciones de volumen con buena exactitud y una alta repetibilidad, además posibilita su control por medio del servomotor de acuerdo a los parámetros de una titulación potenciométrica.

Es posible realizar modificaciones al diseño del instrumento que puedan traducirse en una mayor robustez, como un sistema de acoples para el sistema de dosificación que permita usar una jeringa más pequeña que podría mejorar la resolución en el volumen.

REFERENCIAS

- [1] SKOOG, Douglas A; WEST Donald M. Fundamentos de química analítica. Editorial Thomson, 2005.
- [2]. Datasheet: LMC6001. National Semiconductor. [Online]. Available: www.national.com.
- [3] CHAPARRO O., Gustavo; CHAVARRO M., Luis Alfredo. Medición de volumen – Aspectos Generales. Centro de Control de Calidad y Metrología CCCM. Laboratorio de volumetría. Superintendencia de Industria y Comercio. Bogotá. 1998.
- [4] <http://www.cienciaredcreativa.org/guias/regresion.pdf>
- [5] <http://www3.towerhobbies.com/cgi-in/wti0001p?&l=LXLN94>
- [6] www.cricklewoodelectronics.com/Cricklewood/product.php?productid=18150&cat=280&page=2.