

**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN SISTEMA DE ACONDICIONAMIENTO Y
SUMINISTRO DE GASES EN UN DISPOSITIVO GENERADOR DE TRAZAS
QUE PERMITE CALIBRAR ANALIZADORES DE CONTAMINANTES EN EL
CDT DE GAS**

WILMER ALONSO PEDRAZA PINTO

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOMECÁNICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA
BUCARAMANGA**

2017

**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN SISTEMA DE ACONDICIONAMIENTO Y
SUMINISTRO DE GASES EN UN DISPOSITIVO GENERADOR DE TRAZAS
QUE PERMITE CALIBRAR ANALIZADORES DE CONTAMINANTES EN EL
CDT DE GAS**

WILMER ALONSO PEDRAZA PINTO

**Trabajo De Grado Para Optar Por El Título De
Ingeniero Mecánico**

Director:

**M.Sc. OMAR ARMANDO GELVEZ AROCHA
Ingeniero Mecánico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOMECÁNICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA
BUCARAMANGA**

2017

DEDICATORIA

Este trabajo está dedicado primordialmente a mis padres, los que me otorgaron la vida, José Javier Pedraza y Adela Pinto que desde niño me han enseñado a que sin importar la circunstancias siempre tener la capacidad de arrancar de cero y levantarme de cualquier caída.

Segundo, dedicarle este trabajo a mis otros padres, mis padrinos, Antonio Gómez y María Ayala que siempre han tenido abiertos sus brazos para mí y para mi familia sin importar el momento.

Por último y no menos importante dedicarle este trabajo a mi Gordito, mi hermano menor, que dejó este mundo cuando culminaba este trabajo y que ahora es un ángel que desde el cielo estará pendiente de mí y de mi familia.

AGRADECIMIENTOS

Quiero extender mis agradecimientos a mis padres, José Javier Pedraza y Adela Pinto que con su apoyo incondicional me han traído hasta este punto con su perseverancia infinita.

A la Corporación CDT de GAS, a los Ingenieros Luis García y Víctor Manrique que tanto por tanto aprendizaje, y en general a toda la corporación, porque en el tiempo que estuve allí aprendí gran cantidad de cosas tanto buenas como malas y todas y cada una de ellas me han enseñado a ser mejor persona y sobre todo mejor profesional.

Al “Profe” mi director del proyecto, Omar Gelvez que con su ayuda y colaboración todo esto es posible hoy.

Agradecerles a mis familiares, amigos que en cualquier momento de esta vida llena de obstáculos han aportado para sobreponerlos y seguir adelante.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCION	17
1. DESCRIPCION DEL PROYECTO	19
1.1 FORMULACION DEL PROBLEMA	19
1.2 JUSTIFICACION PARA LA SOLUCION DEL PROBLEMA.....	20
1.3 OBJETIVOS DEL TRABAJO DE GRADO	22
1.3.1 Objetivo General	22
1.3.2 Objetivos Específicos	22
2. CONTEXTUALIZACIÓN DE LA EMPRESA	24
2.1 CORPORACIÓN CDT DE GAS	24
3. GENERALIDADES DE LOS MRG	25
3.1 MARCO HISTORICO DE LA GENERACIÓN DE MRG	25
3.2 ACTUALIDAD EN LA GENERACION DE LOS MRG	28
3.3 PROBLEMÁTICA	30
3.4 APROVECHAMIENTO DE LOS MRC	31
3.4.1 Incertidumbre:	33
3.4.2 Concentración (nivel):	33
3.4.3 Matriz:.....	33
3.4.4 Conservación y periodo de validez:	33
3.4.5 Tipo de procedimiento analítico:	33
3.5 PROBLEMAS HABITUALES EN LA SELECCIÓN DE LOS MRG	34
3.6 PREPARACIÓN DE MRG.....	34
3.6.1 Método de Preparación Estático	34
3.6.2 Método de Preparación Dinámico.....	35
4. SELECCIÓN DE LOS GASES DE SUMINISTRO	36
4.1 SELECCIÓN DEL MRG	37
4.1.1 Gases Criterio en la Calidad De Aire	37

4.1.2	Gases criterio en el GN	40
4.1.3	Criterios de selección del MRG	41
4.1.4	Fragilización por Hidrógeno en el Acero	43
4.2	PROPIEDADES DEL MRG SELECCIONADO (H ₂ S)	44
4.2.1	Propiedades Físicas Prevención.....	45
4.2.2	MRG de H ₂ S.....	45
4.2.3	Cilindros	46
4.3	GAS <i>CARRIER</i> O GAS PORTADOR	47
4.3.1	Nitrógeno (N ₂)	47
5.	DISEÑO DEL SISTEMA	49
5.1	PARÁMETROS DE DISEÑO	49
5.2	SUBSISTEMAS.....	50
6.	SELECCIÓN DE MATERIALES.....	52
6.1	TRANSPORTE DE H ₂ S	52
6.1.1	Adsorción de H ₂ S	53
6.1.2	Comportamiento del H ₂ S en una línea de flujo	53
6.1.3	Modelado Adsorción/Desorción en Superficie de Líneas de Flujo	54
6.2	MATERIALES ALTERNATIVOS PARA EL TRANSPORTE DEL GAS	59
6.2.1	Acero inoxidable Electropolishado	60
6.2.2	Acero Inoxidable Pasivado.....	62
6.2.3	Polímeros de Alta Gamma	64
6.3	EVALUACIÓN DE MATERIALES	66
6.3.1	Diseño del Experimento	67
6.3.2	Desarrollo del Experimento.....	68
6.3.3	Resultados en la Evaluación de los Materiales	71
6.4	PREDIMENSIONAMIENTO DE LAS LÍNEAS DE TRANSPORTE	74
6.5	ELEMENTOS SELECCIONADOS	75
6.5.1	Materiales.....	76
6.5.2	Dimensionamiento de Líneas de Tubería	76
7.	SISTEMA DE PURIFICACION Y FILTRADO	77
7.1	SELECCIÓN DE FILTROS LINEA DE GAS <i>CARRIER</i>	77
7.1.1	Filtros Químicos	77
7.1.2	Filtros de Partículas.....	80

8.	SISTEMA DE PURGADO Y LIMPIEZA DE LINEAS.....	81
8.1	DEFINICIONES BÁSICAS	81
8.2	ANTECEDENTES	81
8.3	COMPONENTES DEL SISTEMA	84
8.3.1	Cruz de purga.....	85
8.3.2	Valvula check	86
8.3.3	Bomba de vacío	86
8.3.4	Secuencia de limpieza Proceso PCP	87
9.	REGULACIÓN DE PRESION	88
9.1	REQUERIMIENTOS DE PRESION	88
9.2	ALTERNATIVAS DE REGULACIÓN	88
9.2.1	Reguladores de Presión Mecánicos	88
9.2.2	Reguladores de Presión Electromecánicos	89
9.2.3	Criterio de Selección de los Componentes de Regulación.....	90
9.3	ESQUEMA DE REGULACIÓN	91
9.3.1	Regulación Línea N ₂	92
9.3.2	Regulación Línea H ₂ S.....	92
9.3.3	Elementos seleccionados	94
10.	CONTROL DE EMISIONES.....	95
10.1	TIPO DE ELEMENTO FILTRANTE	95
10.1.1	Sieve 13X.....	96
10.2	SELECCIÓN DEL FILTRO.....	96
11.	ADQUISICION Y MUESTREO DE DATOS	98
11.1	SENSÓRICA	98
11.1.1	Transductores de presión	98
11.1.2	Sensores de temperatura.....	99
11.2	ADQUISICION DE DATOS.....	99
11.2.1	Transmisor de Temperatura.....	100
11.2.2	Convertor Análogo / Digital	100
11.2.3	Procesador de Datos	101
11.2.4	Muestreo de Datos	101
11.3	INTEFAZ HOMBRE MAQUINA.....	102

11.3.1	Fecha y Hora de Calibración.....	103
11.3.2	Archivo Histórico	103
11.3.3	Gráficas en Tiempo Real	103
12.	ESTRUCTURA.....	104
13.	PUESTA EN MARCHA	105
13.1	CONDICIONES DEL RECINTO.....	105
13.1.1	Requerimientos de Temperatura	105
13.1.2	Fuentes Eléctricas de Alimentación	105
13.1.3	Zona de Ventilación	106
13.2	PREPARACION DEL EQUIPO	106
14.	PRUEBAS	110
14.1	PRESIÓN	110
14.1.1	Calculo de la Estabilidad.....	110
14.2	CAUDAL.....	112
14.2.1	Caudal de gas <i>Carrier</i>	115
15.	ANALISIS ECONOMICO.....	116
15.1	COSTOS DIRECTOS	116
15.2	COSTOS DE MANO DE OBRA	118
15.3	COSTOS INDIRECTOS.....	118
15.4	COSTO TOTAL DE LA MAQUINA.....	119
16.	CONCLUSIONES.....	120
17.	RECOMENDACIONES	122
	REFERENCIAS.....	123
	ANEXOS.....	125

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Valores de referencia de aire exterior según la OMS 2011	38
Tabla 2. Gases criterio presentes en el aire ambiente	39
Tabla 3 Límites de componentes del GN en Colombia según CREG	40
Tabla 4. Compatibilidad química de los gases criterio presentes en el GN y el Aire ambiente. Adaptado de ISO 11114:1-2; 2002	42
Tabla 5. Clasificación de riesgos de H ₂ S	44
Tabla 6. Propiedades físicas y Químicas del H ₂ S	45
Tabla 7. MRG de H ₂ S	46
Tabla 8. Propiedades MRG	46
Tabla 9. Propiedades Físicas de Nitrógeno	47
Tabla 10. Comparación de las cualidades principales de fluoropolimeros	65
Tabla 11 Materiales y Dimensiones de Tubing bajo prueba	70
Tabla 12 Tiempos de respuesta para los Materiales bajo prueba	74
Tabla 13. Número de Reynolds en Líneas de gas.	75
Tabla 14. Características del filtro triple	79
Tabla 15. Comparación de reguladores mecánicos y electromecánicos	90
Tabla 16. Características principales de los elementos del esquema de regulación de presión	94
Tabla 17. Estabilidad de la presión en la línea de MRG durante el proceso de calibración.	111
Tabla 18 Estabilidad de presión de N ₂	112
Tabla 19. Caudales máxicos obtenidos durante la prueba	114
Tabla 20. Caudal para capilar de acero inoxidable	115
Tabla 21 Costos directos del proyecto	116
Tabla 22 Gastos de mano de obra	118
Tabla 23. Costos Indirectos	118
Tabla 24. Costos totales del sistema	119

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1.Laboratorio Calidad de Aire del CEM (Centro Español de Metrología).....	19
Figura 2. CDT de GAS	24
Figura 3.Mezclador diseñado por Moyer <i>et al.</i> 1966	26
Figura 4 Esquema del dispositivo para generación de mezclas binarias	27
Figura 5.Generadores de MRG disponibles comercialmente	29
Figura 6.HoVaCal.....	29
Figura 7.TELEDYNE T 750.....	30
Figura 8. MRG en cilindros	32
Figura 9. Selección de MRG	36
Figura 10. Gases contaminantes presentes en interiores y exteriores	37
Figura 11 . Fragilización por hidrógeno para un acero austenítico.....	43
Figura 12. Esquema de efectos en metales y sitios de acumulación de átomos de hidrógeno	43
Figura 13. Cilindros de MRG.....	46
Figura 14. Cilindro de Nitrógeno	48
Figura 15. Ubicación de los cilindros dentro del sistema.....	48
Figura 16 Proceso de acondicionamiento y suministro de gases al dispositivo dilutor	50
Figura 17. Render sistema de acondicionamiento de gas para el dilutor	51
Figura 18.Concentración transversal en una línea de tubería.....	54
Figura 19 Concentración en la superficie	54
Figura 20. Esquema del transporte de unidimensional en una línea de Tubería	55
Figura 21 Esquema del transporte de masa en una línea de tubería	57
Figura 22. Correlación del coeficiente de difusividad molecular con números de Reynolds	59
Figura 23. Materiales alternativos del dispositivo	60
Figura 24.Esquema de un proceso de electropolichado	61
Figura 25. Pasos para un Electropolishado de alta calidad.....	61
Figura 26.Desbarbado Acero Inoxidable por medio del electropolishado	62
Figura 27. Accesorios Pasivados con silicona.....	62
Figura 28. Adsorción en líneas de flujo pasivadas y no pasivadas	63
Figura 29. Estabilidad de diferentes muestras con el paso de días dentro de un cilindro pasivado	64
Figura 30. FEP	65
Figura 31. Accesorio en PEEK.....	65

Figura 32. Diagrama de proceso experimento adsorción de Shell Reseach Technology	66
Figura 33. Gráfica de la adsorción del (CH ₃ SH) para diferentes tubing	67
Figura 34. Analizador PEMTECH usado en el experimento.....	68
Figura 35 Optimización del sensor electroquímico	69
Figura 36 Montaje Experimental en la Evaluación de Materiales para el DGT	69
Figura 37. Montaje Físico del experimento.....	71
Figura 38 Resultados Experimentales Adsorción y Desorción	72
Figura 39 Resultados Experimentales con Detalle en la Adsorción	73
Figura 40 Resultados Experimentales con Detalle en la Desorción.....	73
Figura 41. Capacidades y características del filtro triple	78
Figura 42 Caída de presión del filtro con base en caudal y presión de operación.....	78
Figura 43. Código de colores del cartucho indicador	79
Figura 44. Filtros químicos en el dispositivo	79
Figura 45. Filtros de partículas usados en las líneas gas carrier	80
Figura 46. Filtro de particulas MRG	80
Figura 47. Montaje Experimento PCP Dheandhanoo.....	82
Figura 48. Comportamiento de la concentración con los métodos PCP y SSP	83
Figura 49 Esquema típico de un proceso PCP	84
Figura 50. Sistema de limpieza del dispositivo	85
Figura 51. Cruz de purga con válvulas de Bola Sulfinert 1/8"	85
Figura 52. Valvula check.....	86
Figura 53. Bomba de vacío.....	86
Figura 54 Caracterización de bomba de vacío Parker®.....	87
Figura 55. Materiales de un controlador electrónico.....	90
Figura 56 Selección de Regulador para N ₂	92
Figura 57. Apertura de regulador con flujo en Bypass (a) y flujo directo (b)	93
Figura 58. Esquema de regulación de presión del sistema de suministro	93
Figura 59. Rango de adsorción se los 3 elementos filtrantes probados con H ₂ S a 1000 ppm	95
Figura 60. Apariencia del Sieve 13X.....	96
Figura 61 Sistema de adquisición y monitoreo de datos	99
Figura 62 Pantalla LCD.....	101
Figura 63 Ubicación del sistema de adquisición de datos.....	102
Figura 64 Aspecto de la HMI	102
Figura 65. Interfaces de temperatura y presión	103
Figura 66. Aspecto básico de la estructura utilizada	104
Figura 67. Posición de los frenos del equipo	106

Figura 68. Posición correcta de las válvulas de purgado	107
Figura 69. Conexión del venteo con la atmósfera	107
Figura 70 Conexión del MUT	107
Figura 71. Ingreso al software del dispositivo	108
Figura 73 Llenado con Nitrógeno.....	108
Figura 74 Ubicación de históricos en la Interfaz	109
Figura 76. Conexión con patrón primario tipo pistón	112
Figura 77 Esquema de montaje experimental para caracterizar caudal	113
Figura 78. Capilares bajo caracterización.....	113
Figura 77. Capilar de acero inoxidable para el flujo de gas carrier	115

RESUMEN

DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN SISTEMA DE ACONDICIONAMIENTO Y SUMINISTRO DE GASES EN UN DISPOSITIVO GENERADOR DE TRAZAS QUE PERMITE CALIBRAR ANALIZADORES DE CONTAMINANTES EN EL CDT DE GAS*

AUTOR: WILMER ALONSO PEDRAZA PINTO**

PALABRAS CLAVE: Gas Natural, MRG, aire ambiente, contaminantes, calibración.

DESCRIPCIÓN:

En las mediciones de Gas Natural (GN), el gobierno por medio de la Comisión de Regulación de energía y Gas (CREG) declara límites de concentración para los principales contaminantes para empresas que extraen como para las que transportan. Por otra parte, la OMS declara los límites en el monitoreo de calidad de aire o atmosferas confinadas. Para dar cumplimiento a la normativa, las empresas adquieren equipos con la capacidad de detectar los límites de concentración según se requiera, estos equipos deben ser calibrados periódicamente para su correcto funcionamiento metrológico. Para realizar estas calibraciones, se requieren MRG en cilindros a alta presión con un número adecuado para realizar una buena curva de calibración lo que hace costoso e impráctico este proceso.

Por medio de este proyecto de grado se busca diseñar y construir un sistema de acondicionamiento y suministro de los gases que componen un dispositivo con la capacidad de generar (Materiales de Referencia Gaseosos) MRG`s a partir de un único MRG en un rango de concentración determinado. Para ello, se realizó un estudio de los gases más críticos presentes tanto en el aire ambiente como en el GN y se seleccionaron los materiales con mejor comportamiento, a partir de allí se diseñó un prototipo que cuenta con un sistema de suministro, limpieza de líneas, regulación de presión, filtrado, control de emisiones, y por último un módulo de adquisición y muestreo de datos.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías Físico-Mecánicas. Escuela de Ingeniería mecánica. Director Omar Armando Gelvez

ABSTRACT

DESIGN AND CONSTRUCTION OF SYSTEM CONDITIONING AND SUPPLY GAS OF TRACE GENERATOR DEVICE ALLOWING CALIBRATE ANALIZERS OF POLLUTANT GAS IN CDT DE GAS*

AUTHOR: WILMER ALONSO PEDRAZA PINTO**

KEY WORDS: Natural Gas, RGM, ambient air, pollutant, calibration.

DESCRIPTION:

In measurements Natural Gas (NG), the government through the Regulation Commission Energy and Gas (RCEG) declares concentration limits for the main pollutants for companies that extract and carrying. Moreover, WHO declared the monitoring limits in air quality or confined atmospheres. To comply with regulations, companies acquire equipment with the ability to detect the concentration limits as required, the equipment must be calibrated periodically for proper metrological performance. For calibrations, the MRG is required in high pressure cylinders with a suitable number for make a good calibration curve, making it a process expensive and impractical.

Through this degree project seeks to design and build a conditioning system and supply of gases that make up a device with the ability to generate GRM (Gaseous reference materials) from a single GRM in a range of certain concentration. To this end , was performed a study of the most critical gases present in both the ambient air as in the GN and were selected the materials with the best performance, from there was designed a prototype that has a delivery system, cleaning system lines, pressure regulating, filtering, emissions control, and finally a module data acquisition and sampling.

* Degree project

** Faculty of Physics-Mechanical Engineerings. School of Mecanical Engineering. Director Omar Armando Gelvez

INTRODUCCION

Para dar cumplimiento a los parámetros de calidad del GN (GAS Natural) reglamentados por la Comisión de Regulación de Energía y Gas (CREG), Los productores y transportadores del GN poseen analizadores en línea de H₂S, CO₂, HCDP¹, WDP² y cromatógrafos; en el caso de las mediciones de calidad de aire, monitoreo de atmósferas confinadas y emisiones atmosféricas, en los análisis están implicados analizadores de CO, O₃, SO₂, NO₂ entre otros.

Para garantizar la trazabilidad química de los sistemas de las mediciones, las empresas requieren mantener los niveles de incertidumbre adecuados, de allí, la necesidad de adquirir un conjunto de MRG (Materiales de Referencia Gaseosos) (RGM, por sus siglas en inglés) dentro del rango de operación de los equipos y en un número necesario para obtener una curva de calibración adecuada, por lo tanto, en algunos casos se adquieren decenas de estos cilindros generando costos elevados y convirtiéndolo en un proceso costoso e inviable.

Con el fin de dar solución a este problema, surgió la necesidad en el CDT de GAS de brindar trazabilidad química a los analizadores de concentración presentes en la calidad de aire y el GN, para ello, se diseñó un sistema con la capacidad de preparar MRG de manera local y en el número necesario para lograr la adecuada calibración del analizador bajo análisis, teniendo en cuenta las implicaciones que tiene manejar, en algunos casos, gases altamente reactivos para que las incertidumbres lleguen a los niveles más aceptables.

El presente trabajo de grado tiene como objetivo diseñar y construir un sistema de suministro y acondicionamiento de los gases implicados en el dispositivo, el cual

¹ Hydrocabon Dew Point (HCDP) (PRHC, Por sus siglas en español)

² Water Dew Point (WDP) (PRA, Por sus siglas en español)

permitirá generar MRG para cualquier tipo de gas contaminante presente ya sea en el GN o en el aire ambiente. Para ello el sistema cuenta con diferentes subsistemas que permiten en cada etapa mejorar la calidad del gas de suministro, entre ellos se encuentran: suministro, filtrado, regulación de presión, limpieza, regulación del caudal y finalmente, el control de emisiones de gas al aire ambiente.

Este trabajo, comienza en una primera parte, con la formulación del problema y la identificación de la necesidad que en este caso particular, es suministrar gases a condiciones estables y controladas de concentración, presión y caudal a un dispositivo que mezcla estos gases a dichas condiciones y genera una variedad de MRG con la repetibilidad y reproducibilidad adecuadas.

El estudio continúa con un análisis químico del gas que el dispositivo podría utilizar, para suministrar al sistema, y el diseño y selección de cada subsistema mencionado anteriormente. Para finalizar, se muestra la puesta en marcha del sistema calibrando un equipo utilizado usualmente en campo para analizar la concentración de contaminantes presentes en el GN.

1. DESCRIPCIÓN DEL PROYECTO

1.1 FORMULACIÓN DEL PROBLEMA

A lo largo de la cadena de valor del GN (producción, refinación, procesamiento, transporte y distribución) en Colombia, las empresas requieren cumplir con parámetros de calidad (poder calorífico, concentración de CO₂, concentración H₂S, cantidad de azufre total y humedad) reglamentados por la Comisión de Regulación de Energía y Gas (CREG).

En el caso de las mediciones de calidad de aire, monitoreo de atmósferas confinadas y emisiones atmosféricas, las compañías requieren realizar análisis de CO, O₃, SO₂, NO₂ entre otros. Para ello, dichas empresas deben implementar diferentes equipos como cromatógrafos y analizadores, y mantenerlos debidamente calibrados y ajustados.

Para la calibración periódica de estos analizadores se deben utilizar MRG con el objetivo de asegurar que las mediciones realizadas tengan incertidumbres apropiadas.

Figura 1. Laboratorio Calidad de Aire del CEM (Centro Español de Metrología)



Fuente: Centro Español de Metrología (CEM) disponible en: <http://www.CEM.es>

Actualmente, Colombia no cuenta con las capacidades tecnológicas para producir MRG, por lo cual estos materiales deben importarse en cilindros a diferentes concentraciones, de acuerdo a los intervalos de operación de los analizadores, y su aplicación. Teniendo en cuenta que la vida útil de algunos de estos cilindros es relativamente corta, contar con la disponibilidad de gases de referencia (en diferentes concentraciones) resulta altamente costoso para los usuarios.

Como alternativa a esta situación, se requiere contar con un dispositivo portable para la generación de trazas de MRG's mediante mezcla dinámica de los siguientes componentes: un MRG de gas reactivo de alta concentración y pureza, y un gas matriz (o *carrier*³) UHP (*Ultra High Purity*). Contando además, con niveles de incertidumbre apropiadas de cada uno para su aplicación en la concentración final entregada por el equipo.

Como parte de los requerimientos de este dispositivo, se deben generar micro caudales a presiones estables, garantizando a lo largo del proceso niveles de pureza adecuados de los gases para realizar una mezcla precisa, con baja incertidumbre en el MRG generado, y así obtener la confiabilidad requerida en la calibración de los analizadores de uso final.

1.2 JUSTIFICACION PARA LA SOLUCION DEL PROBLEMA

Frente a la problemática planteada, la Corporación CDT de GAS con el apoyo de la Escuela de Ingeniería Mecánica de la Universidad Industrial de Santander UIS, busca desarrollar un sistema de suministro de gases (a condiciones de presión, concentración y caudal controladas), que se integre en un dispositivo generador de trazas de gases de referencia, para su aplicación en la calibración de analizadores de gases implicados en calidad de GN y de monitoreo ambiental.

³ Es el gas dentro del cual viene disuelto el analito de interés, por lo general son gases inertes; también llamado gas portador y se usa para mover las muestras a las concentraciones requeridas

La preparación local de los MRG a partir de únicamente dos cilindros (MRG y gas *carrier*) representa una gran ventaja en cuanto a costo y espacio dentro del laboratorio o la posibilidad de realizar la mezcla dentro de la propia planta, por esta razón, acotando el rango de dilución dinámica de un dispositivo de mezcla (rango de concentración del equipo), el tipo analito de interés (nivel de reactividad) y tiempo de vida del MRG (coeficiente de adsorción con los materiales en contacto con el analito), se puede optimizar la preparación de MRG con la cantidad de concentraciones requeridas para generar una curva de calibración del analizador bajo prueba con la reproducibilidad y repetibilidad adecuadas.

Con este sistema se contribuirá al fortalecimiento de la línea de investigación en metrología química de la Corporación CDT de GAS, y al establecimiento de la infraestructura metrológica para brindar trazabilidad a las mediciones de concentración de gases, como soporte a la calidad de los diferentes procesos de los usuarios de gases en Colombia.

1.3 OBJETIVOS DEL TRABAJO DE GRADO

1.3.1 Objetivo General. Continuar con la misión de la Universidad Industrial de Santander en el sentido de fomentar y adecuar conocimientos para promover el desarrollo industrial y social, mediante el diseño y construcción de un sistema de suministro y acondicionamiento de gases a condiciones controladas como parte de un generador de trazas de gases de referencia, a utilizarse en la calibración de analizadores de gases contaminantes, para el Centro de Desarrollo Tecnológico del Gas - CDT de GAS.

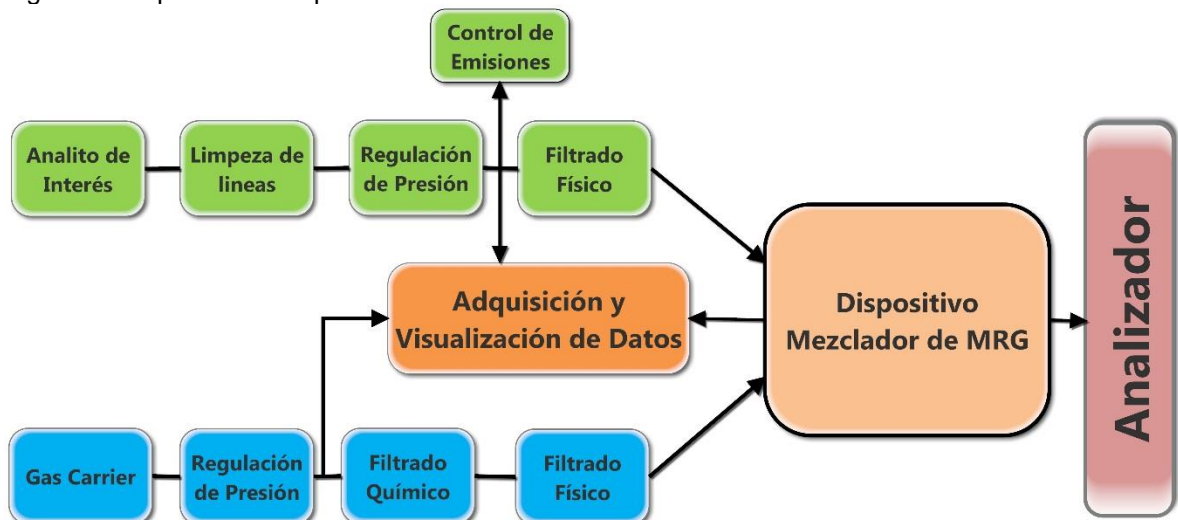
1.3.2 Objetivos Específicos. Diseñar y construir un sistema de acondicionamiento y suministro de los componentes (gas *carrier* y MRG) para un dispositivo generador de trazas utilizado para calibración de analizadores de concentración de gas; el cual debe cumplir con las siguientes especificaciones y condiciones:

- Sistema de suministro compatible con los gases contaminantes presentes en el aire ambiente y el GN (selección del gas *carrier* y MRG).
- Capacidad de regular la presión desde 2000 psig - 200 psig (presión en cada cilindro) hasta un rango de 110 psia - 60 psia (presión de suministro al dispositivo)
- Presiones con estabilidad mejores al 1%.
- Capacidad de suministrar caudal entre 1 dm³/min y 3 dm³/min para el gas *carrier* y de 1 cm³/min a 150 cm³/min para el MRG a las condiciones de presión de suministro del dispositivo y temperatura ambiente.
- Suministrar un gas *carrier* de UHP (*Ultra High Purity*, por sus siglas en inglés).
- Adquisición y muestreo de los datos.

Para el desarrollo del proyecto se deben construir los siguientes subsistemas:

- Sistema de alimentación o suministro
- Sistema de purgado y limpieza de las líneas del sistema
- Regulación de presión de los gases
- Sistema de purificación y filtrado del gas *carrier*.
- Sistema de control de emisiones al ambiente
- Módulo de Adquisición de datos

Figura 2. Esquema del dispositivo



2. CONTEXTUALIZACIÓN DE LA EMPRESA

2.1 CORPORACIÓN CDT DE GAS

El CDT de GAS es una entidad con carácter científico y tecnológico que hace parte del Sistema Nacional de Ciencia Tecnología e Innovación (SNCTI), el cual, desde su creación se ha mantenido como un ente independiente para brindar a los clientes resultados libres de influencias económicas o comerciales y de esta manera garantizar transparencia en las soluciones entregadas. A lo largo del tiempo, el CDT de GAS, ha mantenido el liderazgo tecnológico en el sector gas, aplicando conceptos inherentes a la metrología de fluidos, mediante la utilización de la investigación aplicada y la constante formación del talento humano, caracterizándose por la eficacia y eficiencia de las soluciones, contribuyendo así, a la apropiación de los avances de la ciencia y la tecnología que hacen posible el crecimiento sostenido del sector gas y de la industria colombiana en general.

Figura 3. CDT de GAS



Fuente: Corporación CDT de GAS, disponible en: <http://cdtdegas.com>

3. GENERALIDADES DE LOS MRG

En este capítulo, se abordará con toda la teoría, usos y preparación de los MRG, comenzando con la forma como se han preparado los MRG a lo largo de la historia y los principales estudios realizados, luego, la problemática actual que contiene preparar MRG en Colombia. Finalizando este capítulo, se realizó un glosario con algunas palabras que el autor considera que son importantes para el total entendimiento del presente trabajo.

3.1 MARCO HISTORICO DE LA GENERACIÓN DE MRG

En 1915 Holmes *et al.*⁴ para un informe de minería, realizó uno de los primeros estudios relacionados con la preparación dinámica de MRG utilizando SO₂ como analito de interés. Holmes, desarrolló un método el cual consistía en proporcionar el gas puro a través de un tubo capilar (el cual era utilizado como regulador del caudal) mezclándolo con una corriente de aire de 30000 L/min al interior de una tubería de 95mm de diámetro recubierto con plástico. Donde el caudal másico fue medido con un tubo pitot que se movía a través del perfil de velocidad de la tubería. Al tomar las muestras los resultados no fueron los esperados, ya que se obtuvieron errores entre 6% y 33% para concentraciones de 5 ppm y 6 ppm respectivamente.

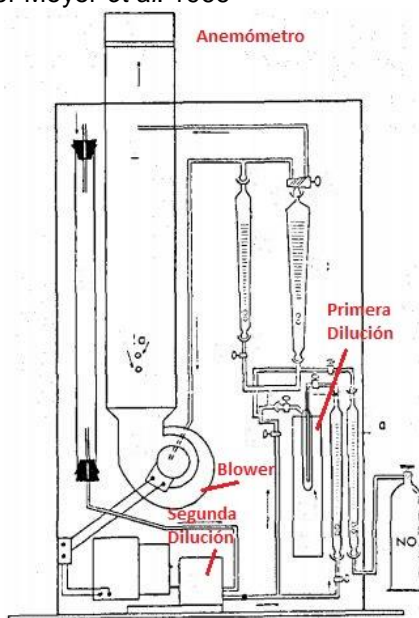
En 1966, Moyer D; Thomas y Richard E. Amtower⁵ presentaron, uno de los primeros métodos de preparación de MRG que se basa en dilución dinámica. El sistema se componía en un tubo de aluminio de 100 mm de diámetro y 600 mm de altura, ubicado en posición vertical, a través del cual se generaba un caudal comprendido entre 100 dm³/min y 1200 dm³/min que se media a la salida del tubo

⁴ HOLMES *et al*, Report of the Selby Smelter Commission. With Accompanying Papers. En: *Department of the Interior, Bureau of Mines. Vol 98*, 1915. p. 234-304.

⁵ MOYER, Thomas y RICHARD, Amtower. Gas Dilution Apparatus for Preparing Reproducible Dynamic Gas Mixtures in any Desired Concentration and Complexity. En: *Journal of the Air Pollution Control Association*, 1966. p. 175-214.

con un anemómetro. Las pruebas fueron desarrolladas con contaminantes atmosféricos como SO_2 y H_2S , que eran inyectados en una corriente de NO (primera dilución) por medio de una jeringa y posteriormente mezclada con el flujo de aire en el tubo (segunda dilución) (Figura 4). La jeringa descargaba volúmenes entre 5 ml y 100 ml y generaba concentraciones entre 0,03 ppmv y 3 ppmv respectivamente. Las mezclas fueron analizadas por diferentes métodos como colorimetría y conductimetría. Entre las conclusiones relevantes se impone a necesidad de mantener una alta estabilidad en el caudal de los gases que componen la mezcla, la precisión y reproducibilidad de las mezclas preparadas a las mediciones de caudal realizadas por la jeringa y el rotámetro.

Figura 4. Mezclador diseñado por Moyer *et al.* 1966



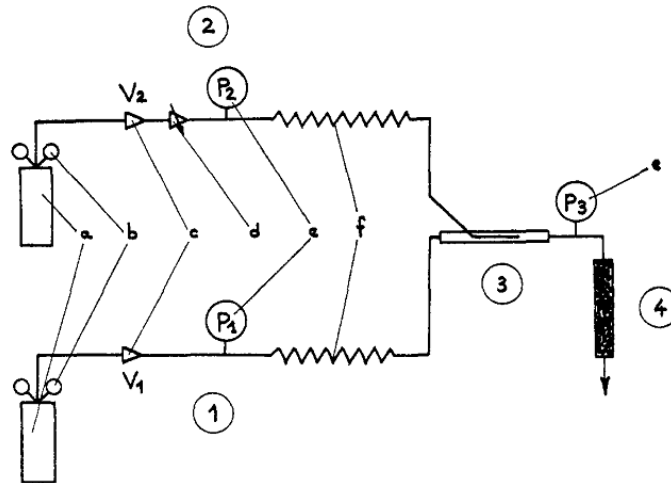
Fuente: Moyer *et al.* 1966

Tres años después, 1969 Angely *et al.*⁶, construyeron un aparato para la generación de mezclas binarias en la calibración de detectores en cromatografía y analizadores en general (Figura 5). Este dispositivo, mezclaba dos corrientes de

⁶ ANGELY, L. *et al.*. Preparing Standard Samples for Detector Calibration in Gas Chromatographic Analysis of Gases. *En: Analytical Chemistry*, 1969, vol. 41, no. 11, p. 49-56.

gases puros, las cuales previamente eran pasadas a través de una columna empacada con partículas de vidrio, con el fin de controlar el caudal de suministro. La concentración final fue estimada mediante una ecuación derivada de la teoría del flujo de gases (integrando las leyes de Poiseuille y Darcy) (Ecuación 1), midiendo con precisión tres presiones manométricas, más la presión atmosférica. El aparato de construcción simple permitía generar concentraciones entre unas cuantas ppmv y hasta el 50% de concentración en volumen, con un tiempo de estabilización de hasta 20 minutos para concentraciones de 20 ppmv y fue evaluado generando mezclas de O_2 y He.

Figura 5 Esquema del dispositivo para generación de mezclas binarias



- | | |
|------------------------------|------------------------------------|
| a. Cilindros de gas | 1. Línea del componente mayor |
| b. Controladores de presión | 2. Línea del componente menor |
| c. Válvulas V1 y V2 | 3. Columna de mezcla |
| d. Válvula microcontroladora | 4. Resistencia neumática de salida |
| e. Manómetros P1, P2 y P3 | |
| f. Resistencias neumáticas | |

Fuente: Angely et al. 1969

En el desarrollo del modelo matemático aplicable se consideró flujo laminar, y se despreció el efecto de la temperatura en la viscosidad del gas, así como la contribución del caudal de la traza de O_2 en el caudal de la mezcla con He.

$$C_3 = \frac{Q_2}{Q_1} = \frac{K_2 \mu_1}{K_1 \mu_2} \cdot \frac{P_2^2 - P_3^2}{P_1^2 - P_3^2} \quad \text{Ecuación 1}$$

Dónde:

C₃	Concentración de O ₂ en la mezcla	μ₁, μ₂	Viscosidad dinámica del O ₂ y He respectivamente
Q₂, Q₁	Caudales de O ₂ y He respectivamente	P₁, P₂	Presión absoluta de suministro de O ₂ y He respectivamente
K₁, K₂	Inverso de la resistencia del flujo en O ₂ y He respectivamente	P₃	Presión atmosférica

Las mezclas obtenidas fueron comparadas con un generador electrolítico, y utilizando como instrumento de comparación un cromatógrafo de gases. Los resultados promedio indicaron una desviación de 0,7% entre los dos métodos. Así mismo, en 1969 Angely *et al.*, reconocieron la influencia de la difusión del analito de interés en los volúmenes muertos por ejemplo: en el Tubo Bourdon del manómetro y la dependencia de la precisión en la medición de presión.

3.2 ACTUALIDAD EN LA GENERACION DE LOS MRG

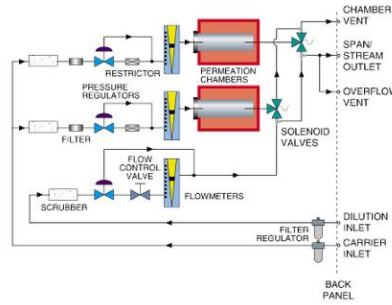
Cabe resaltar, que en la actualidad existe una oferta del mercado de equipos generadores de MRG en concentraciones trazas como el GASCAL2000 (Prodetec 2012) que puede generar un MRG de H₂S con concentraciones entre 0,5 ppmv y 50 ppmv, a partir de una celda electrolítica y un controlador másico. No obstante, el desempeño metrológico del equipo es aún deficiente ya que tiene una precisión del 10% y repetibilidad de 5%, esto puede deberse a el efecto del gas de arrastre (*Carrier*) ya que este equipo hace la dilución con aire tomado del ambiente. Por otra parte, VICI® ha desarrollado equipos con la capacidad de generar MRG con precisiones del 5% como el DynaCalibrator500® (Figura 6a) el cual genera MRG de contaminantes presentes en el aire ambiente a partir de mezcla dinámica usando cámaras de permeación (Figura 6b)

Figura 6. Generadores de MRG disponibles comercialmente



a) Dynacalibrator model 500

Fuente: VICI® Metronics



b) Diagrama de flujo del Dynacalibrator

En la actualidad, Europa es el continente donde más se contribuye últimamente a la generación de MRG; en países como Alemania España y el Reino Unido no han limitado esfuerzos a la hora de generar MRG con precisiones necesarias construyendo equipos como el HoVaCal® (Hot Vapor Calibration) que ofrece precisión del 2% en concentración del material de MRG generado, con linealidad y estabilidad también del 2% usando caudales del orden de 50 cm³/min para el gas de calibración (Figura 7).

Figura 7. HoVaCal



Fuente: HovaCal inc. Disponible en: <http://www.hovacal.de>

Uno de los principales fabricantes de dispositivos con la capacidad de MRG llamado “TELEDYNE”, especializados en los contaminantes en el aire ambiente, fabrican el T750 (Figura 8) que prepara mezcla con controladores másicos y puede generar trazas de SO₂, NO, NO₂, CO y O₃ entre otros con precisiones de ±1% del FS (*Full Scale*) en la concentración y repetibilidad de ±0.2% con rangos

de caudal del orden de 10 L/min para el gas de arrastre y 10 cm³/min para el gas de calibración y comunicaciones analógicas/digitales.

Figura 8. TELEDYNE T 750



Fuente: Teledyne Technologies Inc disponible en: <http://www.teledyne-api.com/>

Como puede verse en la literatura disponible, Colombia no posee tecnología disponible o fabricantes que se preocupen por generar MRG de manera local para proveer trazabilidad a sus mediciones de forma dinámica y menos costosa que la utilizada comúnmente.

3.3 PROBLEMÁTICA

El desarrollo de MRG actualmente en Colombia es incipiente o nulo como es reconocido por un estudio realizado por el Departamento Nacional de Planeación⁷ debido a que dentro del país no se han generado avances ni desarrollos en cuanto a la preparación de MRG de gases altamente reactivos se refiere, todas las investigaciones y avances se encontraron de estudios realizados a nivel internacional.

⁷ DEPARTAMENTO NACIONAL DE PLANEACION. Creación Del Instituto Nacional de Metrología. Estudio de Necesidad Y Red Institucional. 2011 [Citado 23 may, 2016] (Colombia), Disponible en: <http://www.dnp.gov.co/PORTALWEB/LinkClick.aspx?fileticket=yxjzbe96PEY%3D&tabid=1274>.

En el país existen empresas que suministran MRG desarrollados por métodos gravimétricos pero únicamente para gases comunes como: O₂, CO₂, N₂, He, entre otros los cuales tienen unas incertidumbres mayores al 5% en relación a la concentración del gas de interés, en el caso de los demás gases contaminantes que están presentes en el aire ambiente o el GN (H₂S, NO₂, SO₂ etc), es posible adquirirlos por medio de importación con incertidumbre del 1% pero con el inconveniente de la inestabilidad en la mezcla ya que se almacenan en cilindros de acero al carbono, lo que pone en evidencia en desconocimiento de los fenómenos, las implicaciones y cuidados de manejar gases reactivos (como el H₂S o el SO₂) para mantener las concentraciones de MRG en cilindros.

En el contorno internacional el panorama es más abundante en investigaciones y progresos, debido a la reconocida importancia y la evidente necesidad de contar con MRG en concentraciones traza de los principales componentes contaminantes presentes en el GN y el aire ambiente. Estas investigaciones generalmente han sido desarrolladas por institutos de investigación en el área de técnicas analíticas, institutos de metrología química, materiales de referencia, y productores de gases especiales.

3.4 APROVECHAMIENTO DE LOS MRC

Entre las principales finalidades de los MRC, tal como ya se ha señalado antes, destacan las de:

- Constatar la exactitud de los resultados que emite el laboratorio permitiendo la detección de errores sistemáticos. Para ello la muestra y el MRG deberán someterse al mismo tratamiento y al mismo proceso analítico para poder comparar los resultados obtenidos en la muestra y en el material de referencia.
- Validar un método analítico y calcular su incertidumbre.

- Calibrar equipos dentro del plan de calibración y/o verificación del laboratorio.
- Siempre que se utilicen MRG es recomendable hacer un seguimiento de los resultados obtenidos, por ejemplo, utilizando gráficos de control, ello facilitará la detección de posibles errores del método, del equipo, o de los metrólogos, así como apreciar tendencias en los resultados. propiedades del MRG

Figura 9. MRG en cilindros



Fuente: Air Liquide, disponible en: <http://www.scotty.com>

Debe tenerse en cuenta y valorar características de los MRG, como las que se exponen a continuación.

3.4.1 Incertidumbre. El valor del certificado debe ser compatible con los requisitos de precisión y exactitud de las determinaciones a realizar (calidad del método, exigencias legales o de acreditación, etc.) y ser los más próximos a los valores reales.

3.4.2 Concentración (nivel). Interesa elegir el MRC que tenga el valor numérico de la propiedad de interés o característica certificada, lo más similar posible al que se espera encontrar en las muestras o material. A veces es difícil encontrar distintas concentraciones para un mismo MRC. Cuando deba optarse por una única concentración es preferible elegir el valor más crítico (por ejemplo: el valor más próximo a un valor límite establecido).

3.4.3 Matriz. Conviene que sea la más similar posible a las muestras objeto de análisis y tener información relativa a su origen o composición.

3.4.4 Conservación y periodo de validez. Se debe proporcionar información sobre las condiciones óptimas de transporte, manejo y almacenamiento y, siempre que sea posible, sobre el periodo de validez del MRG. En muchos casos, la garantía de la composición es para un periodo determinado o hasta su utilización.

3.4.5 Tipo de procedimiento analítico. Los métodos empleados para su certificación deben ser los que proporcionen la mayor exactitud posible. Los procedimientos utilizados pueden ser distintos según se trate de obtener un resultado aplicando un cálculo sobre las mediciones realizadas en el procedimiento (por ejemplo, la masa de la muestra o el volumen utilizado en una valoración) o bien de cuantificar por interpolación en una curva de calibración, cuando se asume que no hay influencia de la matriz o cuando si existe influencia matricial.

3.5 PROBLEMAS HABITUALES EN LA SELECCIÓN DE LOS MRG

- Escasez de MRG en el mercado. Dificultad de localizar los disponibles y de comunicarse con fabricantes y distribuidores.
- El analito requerido no se encuentra certificado en una matriz idéntica o parecida a la composición del producto o de la muestra.
- Dificultad en disponer de distintos niveles de concentración para evaluar el procedimiento en todo su rango de aplicación.
- Una incertidumbre inadecuada para evaluar un procedimiento de medida.
- Dificultad en su preparación, debido al corto tiempo de vida media del elemento o sustancia de estudio en la matriz de interés.

3.6 PREPARACIÓN DE MRG

Un estudio realizado por Barrat en 1981⁸, presentó una revisión detallada de los métodos utilizados para la preparación de MRG con énfasis especial en los MRG usados en las mediciones de calidad de aire. Los clasificó en 2 grandes grupos:

3.6.1 Método de Preparación Estático. Este método consiste en preparar el MRG dentro de un depósito cerrado, el cual puede ser un cilindro, una cámara rígida o una bolsa plástica; dentro del cual, está contenido el gas de arrastre (*Carrier*) con la limitante en la presión máxima que pueda soportar el recipiente que la contiene y a partir de allí, suministrando el analito de interés en la proporción deseada; y por simple difusión generando la mezcla en la concentración requerida.

Este método se puede desarrollar de las siguientes maneras

- Gravimétrico

⁸ BARRAT, S. 1981. The Preparation of Standard Gas Mixtures. A Review. En: The Analyst, vol. 106, no 265, p. 817, doi:10.1039/an9810600817.

- Presión parcial
- Volumétricos
- Cámara rígida
- Cámaras flexibles

Según lo indicado en la norma ISO 6143⁹ . La cantidad de gas que se añade a la botella receptora se determina por diferencia de pesada de la misma, antes y después de cada adición de gas, la diferencia entre estas dos pesadas proporciona la masa del gas añadido.

Una vez realizada la mezcla, se verifica su composición final, comprobando que esta coincide con la obtenida en el proceso gravimétrico. Esta verificación se realiza de acuerdo con la normativa nacional o internacional a la que el laboratorio tenga que regir, y así, determinar la composición de la mezcla de gas por comparación con mezclas de gas de referencia adecuadas. Para ello, se dispone de diversos analizadores específicos y de cromatógrafos de gases.

3.6.2 Método de Preparación Dinámico. En este procedimiento se prepara el material de referencia de manera directa generando el flujo de caudal a la concentración deseada con la mezcla dinámica de las corrientes.

Esta técnica puede realizarse de las siguientes maneras:

- Mezcla de corrientes
- Inyección
- Difusión
- Evaporación
- Electrólisis

⁹ INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Gas Analysis - Comparison Methods for Determining and Checking the Composition of Calibration Gas Mixtures. TC 158. 2001. ISO 6143:2001. 2 ed. Geneve, Suiza: ISO, 2001. 10 p..

4. SELECCIÓN DE LOS GASES DE SUMINISTRO

En este capítulo, se evidenciará el estudio realizado para la selección de los gases de suministro con los que trabajará el dispositivo (MRG y *carrier*), para cumplir con la capacidad de operar con gases contaminantes presentes ya sea en el aire ambiente o en el GN.

Para la selección del gas reactivo, se observó la normativa colombiana en cuanto a los niveles admisibles en composición de GN y aire ambiente, a continuación se estudió la compatibilidad con los cilindros que pueden almacenarlos, por último se analizó el coeficiente de corrosión como lo muestra la Figura 10.

A continuación, se seleccionó el gas de arrastre (*Carrier*) basados en los diferentes gases que se pueden utilizar para dicho propósito y realizando la selección basados en la mejor alternativa.

Figura 10. Selección de MRG

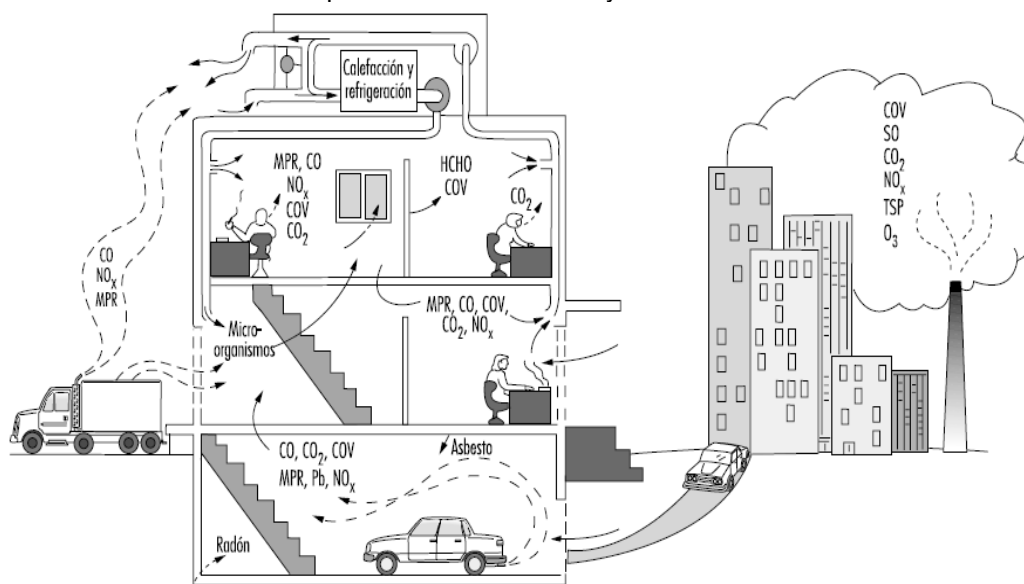


4.1 SELECCIÓN DEL MRG

A continuación se hará una recopilación de la normativa y regulación actual en el Colombia para los gases contaminantes presentes tanto en el aire ambiente como en el GN (gases criterio) y de así obtener un listado de los gases posibles con los que el dispositivo podría operar y realizar la posterior selección.

4.1.1 Gases Criterio en la Calidad De Aire. El aire está compuesto principalmente por Oxígeno (O_2) y Nitrógeno (N_2), adicionalmente, contiene pequeñas cantidades de otras sustancias como: vapor de agua, ozono, CO_2 e Hidrógeno. Sin embargo, emisiones provenientes tanto de procesos naturales (como la erupción de volcanes), así como de actividades industriales y de otras asociadas al desarrollo y la supervivencia de los seres humanos (Figura 11), han originado la presencia de contaminantes en la atmósfera, deteriorando así, la calidad del aire y por ende afectando la salud de los seres vivos.

Figura 11. Gases contaminantes presentes en interiores y exteriores



CO= monóxido de carbono; CO₂= Dióxido de Carbono; HCHO= Formaldehído; NO_x= Óxidos de Nitrógeno; Pb= plomo; MPR= Material Particulado Respirable; COV= Compuestos Orgánicos Volátiles

Fuente: Enciclopedia de Salud y Seguridad en el Trabajo

Según un estudio de la OMS 2011. (Organización Mundial de la Salud)¹⁰, se presentan los valores de referencia para la calidad de aire exterior con el tiempo permisible de exposición siendo los resaltados en la tabla los gases de los cuales se puede obtener un MRG (Tabla 1):

Tabla 1. Valores de referencia de aire exterior según la OMS 2011

COMPUESTO	Valor de Referencia	Periodo de Tiempo
Cadmio	1 – 5 ng/m ³	1 año
Dióxido de Carbono	10 – 20 ng/m ³	1 año
Dióxido de Azufre	500 µg/m ³	10 minutos
	350 µg/m ³	1 hora
Dióxido de Nitrógeno	400 µg/m ³	1 hora
	150 µg/m ³	24 horas
	60 mg/m ³	30 minutos
	30 mg/m ³	1 hora
Ozono	10 mg/m ³	8 horas
	150 - 200 µg/m ³	1 hora
	100 - 120 µg/m ³	8 horas

Fuente: Adaptado de: Ibermutuamur (calidad de aire interior)

En ambientes exteriores, la calidad del aire se ve afectada por las emisiones de vehículos y por aquellas provenientes de la industria como extracción y procesamiento de combustibles fósiles (Figura 11). La OMS señala que anualmente mueren más de dos millones de personas por exposición a sustancias contaminantes. Teniendo en cuenta el grado de afectación que tienen los contaminantes en el aire y la frecuencia de emisiones, se tienen ciertas sustancias que son consideradas como prioritarias para la medición y control. A continuación, se hace una breve descripción de los principales contaminantes¹¹.

¹⁰ WORLD HEALTH ORGANIZATION –WHO. Regional Office for Europe. Review of Evidence on Health Aspects of Air Pollution (REVIHAAP) Project. First Results. 2013. [En Internet] Disponible en: http://www.euro.who.int/__data/assets/pdf_file/0020/182432/e96762-final.pdf

¹¹ MANRIQUE, Víctor y CASTILLO, Diana M. Hacia el establecimiento de cadena de trazabilidad para mediciones de calidad de aire emisiones de fuentes fijas y móviles . En: Revista Met&Flu, 2014, no 9, p.16-25.

4.1.1.1 Óxidos de Azufre (SO₂ y SO). Son gases incoloros, formados cuando se queman combustibles con azufre, tales como el carbón y el petróleo. El SO₂ se disuelve en el vapor de agua para formar ácido e interactúa con otros gases y partículas formando sulfatos y otros productos perjudiciales para las personas y su ambiente. La mayoría de las emisiones de SO₂ provienen de centrales eléctricas, especialmente en las que se utiliza carbón.

4.1.1.2 Óxidos de Nitrógeno (NO_x). Se usa para describir la familia de otros compuestos formados por oxígeno y nitrógeno, específicamente al NO, NO₂. La mayoría de los óxidos de nitrógeno son incoloros e inodoros, sin embargo el NO₂ junto con partículas en el aire puede ser visto como una capa de color marrón rojizo sobre muchas áreas urbanas.

4.1.1.3 Monóxido de Carbono (CO). Es un gas incoloro e inodoro formado cuando el carbón en un combustible no se quema completamente. Los motores de los vehículos contribuyen con 60% aprox. de las emisiones globales de CO, por lo que los más altos niveles de este compuesto se encuentran en las ciudades que presentan altos flujos vehiculares. Se presenta un resumen de los intervalos de concentración establecidos en Colombia para la calidad de aire según Castillo y Manrique 2010¹² (Tabla 2).

Tabla 2. Gases criterio presentes en el aire ambiente

SUSTANCIA	INTERVALO DE CONCENTRACION
PM	50 – 500 µg/m ³
SO ₂	30 – 600 ppb
NO ₂	50 1000 nmol/mol
NO	260 – 300 mg/m ³
CO	8 – 40 ppm

Fuente: Adaptado de: Castillo,D y Manrique, V. 2010.

¹² MANRIQUE, Victor y CASTILLO, Diana M. Hacia el establecimiento de cadena de trazabilidad para mediciones de calidad de aire emisiones de fuentes fijas y móviles. En: Revista Met&Flu, 2014, no 9, p.16-25.

4.1.2 Gases criterio en el GN. La especificación de los parámetros de calidad del gas natural en Colombia se encuentra establecida en la Resolución de la CREG7 Número 071 de 1999 (Reglamento Único de Transporte –RUT). A partir del 23 de abril del 2008 cuando se hizo oficial la modificación al RUT a través de la Resolución CREG 041¹³ del mismo año, se dejó establecido que en transferencia de custodia el productor-comercializador deberá disponer de «todos los equipos en línea» requeridos para medir el volumen y la calidad del gas natural, igualmente, se debían realizar verificaciones periódicas a dichos equipos de medición por parte del transportador.

Tabla 3 Límites de componentes del GN en Colombia según CREG

ESPECIFICACIONES	SISTEMA DE UNIDADES	CNTD
Máximo poder calorífico bruto (GHV)	Mj/m ³	42.8
Mínimo poder calorífico bruto (GHV)	Mj/m ³	35.4
Contenido total de H ₂ S máximo	mg/m ³	6
Contenido total de azufre máximo	mg/m ³	23
Contenido de CO ₂ máximo	% volumen	2
Contenido de N ₂ máximo	% volumen	3
Contenido de oxígeno	% volumen	0.1
Contenido máximo de agua	mg/m ³	97
Contenido máximo de polvos y material en suspensión	mg/m ³	1,6

Fuente: Adaptado de: Hernandez, S; Osorio J y Abril H 2010

Teniendo en cuenta lo anterior la CREG ha reglamentado unos límites permisibles para cada uno de los componentes más relevantes que pueden presentarse en el GN durante la producción del mismo, que se resume en la Tabla 3 y en donde se

¹³ COLOMBIA. COMISION DE REGULACION DE ENERGIA Y GAS. Resolución CREG 071 (03, diciembre, 1999). Por la cual se establece el Reglamento Único de Transporte de Gas Natural- (RUT). Diario Oficial. Bogotá D.C., no 43859, p. 1-68.

pueden resaltar los componentes para los cuales se utilizan analizadores de gas para determinar su composición dentro del GN.

4.1.2.1 Contenido de H₂S. La presencia de este componente a determinadas concentraciones, en contacto con el metal de los gasoductos y en presencia de agua, genera aceleración local de la corrosión en la tubería por presencia de sulfuro de hierro. También se genera durante la combustión del gas natural facilitando la formación de dióxidos de azufre (SO₂), que a su vez constituyen un ácido al entrar en contacto con agua generando un amplio impacto de acidificación en el suelo, en las aguas superficiales, en los organismos vivos y en las estructuras o edificaciones. Finalmente, puede llegar a presentar toxicidad en los humanos dependiendo de las concentraciones y del tiempo de exposición.

4.1.3 Criterios de selección del MRG. Para la selección del MRG más crítico, se realizó un estudio de los gases contaminantes más relevantes en el GN y en las mediciones de calidad de aire en función de la compatibilidad con los materiales en contacto, según la norma ISO 11114¹⁴ y el coeficiente de corrosión¹⁵
¹⁶(¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.).

¹⁴ INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Compatibility of cylinder and valve materials with gas contents -- Part 1: Metallic materials. ISO 11114-1:2012. 2 ed. Geneve, Suiza: ISO, 2012. 14 p.

¹⁵ OESCH S. Effect of SO₂, NO₂, NO and O₃ on Corrosion Carbon Steel Unalloyed and Weathering Steel - the Results of Laboratory Exposures. En: Corrosion Science. 1996, vol 38, no 8, p.1357-1368.

¹⁶ KUN,J y NESNIC, S. EIS investigation of CO₂/H₂S corrosion. En: CORROSION, 2004, no 4728

Tabla 4. Compatibilidad química de los gases criterio presentes en el GN y el Aire ambiente. Adaptado de ISO 11114:1-2; 2002

	MATERIAL	Calidad de Aire				Gas natural	
		SO ₂	NO ₂	NO	CO	H ₂ S	CO ₂
	Coefficiente de Corrosión mm/year ¹⁷	0,00216	0,012	0,012	--	0,26	0,0126
Metales	Aluminio	S	S*	S*	S	S*	S
	Bronce	S*	NR	NR	S	NR	S
	Cobre	S*	NR	NR	S	NR	S
	Aceros Ferríticos	S*	S*	S*	S	FH	S
	Aceros Inoxidable	S*	S*	S*	S	FH	S
Plásticos	Politetrafluoretileno (PTFE)	S	S	A***	S	S	S
	Policlorotrifluoretileno (PCTFE)	S	S	A***	S	S	S
	Polifloruro de Vinilideno (PVDF) (KYNAR)	S	PI	A***	S	S	S
	Poliamida (Nylon)	NR **	PI	NR**	S	S	S
	Polipropileno (PP)	S	PI	PI	S	NR	S
Elastómeros	Goma de Peroil (IIR)	NR **	PI	NR**	A	A***	HS
	Goma de Nitrilo	NR **	PI	NR**	S	NR*	HS
	Cloropreno (CR)	NR **	PI	NR**	S	NR*	HS
	Clorofluorocarbonos (VITON)	NR **	PI	A***	HS	NR*	HS
	Silicona (Q)	NR **	PI	PI	S	NR*	A
	Etileno - propileno (EPDM)	S	PI	NR**	S	S	HS

* Corrosivo en presencia de humedad; ** Significativa pérdida de masa por reacción química; *** Riesgo de liberación de vapores; NR= no recomendado; A= Aceptable; S= satisfactoria; PI= Posible Ignición; HS= Hinchazón Significativa; FH= Fragilización por Hidrógeno.

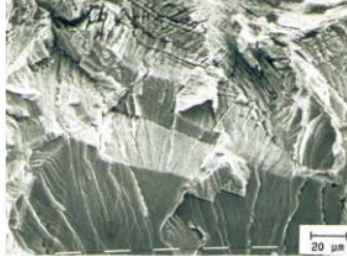
Fuente: Adaptado de ISO 11114:1-2; 2002

A continuación, se definen algunos parámetros importantes en cuanto a las reacciones químicas de los materiales en contacto con gases reactivos.

¹⁷ (Oesch 1996) y (Kun J 2004) estudios realizados con acero al carbono WTSt 52 y X65 respectivamente;

4.1.4 Fragilización por Hidrógeno en el Acero.

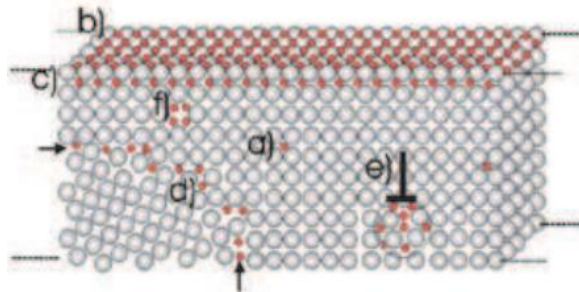
Figura 12 . Fragilización por hidrógeno para un acero austenítico



Fuente: Ovejero, G 2009 [Daño por hidrogeno en materiales metálicos]

Como el Hidrógeno es la molécula con el radio más pequeño, se puede localizar dentro del acero en lugares que le brinden esa posibilidad como las dislocaciones y vacancias, o en zonas de alta energía como lo son: los límites de grano y dislocaciones¹⁸ (Figura 12).

Figura 13. Esquema de efectos en metales y sitios de acumulación de átomos de hidrógeno



a) Solubilidad convencional; b) sitios de atrapamiento de hidrógeno en la superficie; c) Sub superficial; d) En límites de grano; e) En dislocaciones; f) en vacancias

Fuente: Uribe, Ivan; Velosa, Aldrin y Zabala, Luis¹⁹

Dependiendo del tipo de interacción entre el hidrógeno y el metal, el daño por hidrógeno puede manifestarse de diferentes maneras, todas ellas perjudiciales desde el punto de vista de comportamiento mecánico (Figura 13).

¹⁸ OVEJERO GARCÍA, J. Daño por Hidrógeno en Materiales Metálicos. *En: Hojitas de Conocimiento IEDS, 2009. P.7-8 ISBN 978-987-1323-12-8.*

¹⁹ URIBE, Ivan; VELOSA, Aldrin y ZABALA, Luis. *Fundamentos del daño por hidrógeno en aceros. En: El hombre y la máquina 36 ed. 2011. P. 1-142.*

Teniendo en cuenta la tabla 4, se definió el **H₂S** como el gas de trabajo, ya que este gas tiene una mayor afectación en el cilindro por su contenido de hidrógeno, que produce fragilización en las paredes del cilindro, y su alto coeficiente de corrosión, que limita el tiempo de vida del MRG (Resaltado en verde). Por tanto sería el MRG con mayor costo para el cliente, lo que incrementaría la utilidad del dispositivo.

4.2 PROPIEDADES DEL MRG SELECCIONADO (H₂S)

Como se definió anteriormente, el dispositivo funcionará con ácido sulfhídrico (**H₂S**), debido a que es el gas presente en el GN más crítico en cuanto a reactividad y corrosividad. El H₂S se genera naturalmente en el petróleo crudo, gas natural, gases volcánicos y manantiales de aguas termales. También puede producirse como resultado de la degradación bacteriana de materia orgánica. Es, además, producto de los desperdicios de animales y humanos.

El ácido sulfhídrico también puede ser producido por actividades industriales como, el procesamiento de alimentos, hornos de coque, fábricas de papel, curtidurías y refinerías de petróleo. Es un gas inflamable, incoloro con un olor característico a huevos podridos. Se le conoce comúnmente como ácido hidrosulfúrico o gas de alcantarilla. Las personas pueden detectar su olor a niveles muy bajos.

Tabla 5. Clasificación de riesgos de H₂S

NFPA* Rombo de Riesgos	Salud (S)	Inflamabilidad (I)	Reactividad (R)	EPP**
	4	4	0	COR
	Peligro Extremo	Punto de Ignición debajo 23°C	Estable	Corrosivo

Fuente: DGC partnership

* HMIS: Sistema de Identificación Materiales Peligrosos (Hazardous Materials Identification System, por sus siglas en inglés)

** EPP, Equipo de Protección Personal

4.2.1 Propiedades Físicas Prevención. Según DGC Partnership®, los riesgos del H₂S se describen a continuación (Tabla 5), donde se muestra el código de colores normalmente usado en la prevención de riesgos. Y luego, se describen las propiedades físicas y químicas del gas (Tabla 6).

Tabla 6. Propiedades físicas y Químicas del H₂S

Temperatura de Ebullición	Temperatura de Fusión	Temperatura de Infamación	Temperatura de Auto ignición
212.81 K (-60.53°C) @101.325 kPa	187.62 K (-85.5°C) @101.325 kPa	373.56 K (100.4°C)	533.15 K (260)°C
Densidad	pH	Peso Molecular	Edo Físico
1.406 kg/m ³ @101.325 kPa; 25°C	N/A	34.076 g/mol	Gas Licuado
Color	Olor	Velocidad de evaporación	Solubilidad
Incoloro	Huevo Podrido	ND	2.257 cm ³ / cm ³ agua @101.325 kPa; 25°C
Presión de Vapor	Volatilidad	Límite superior Inflamabilidad/volatilidad	Límite Inferior Inflamabilidad/volatilidad
1.804 kPa @294.25kPa; 21.1°C	ND	46.0 %	4.3 %

Fuente: Adaptado de INFRA Air Products

4.2.2 MRG de H₂S. Luego de definir el esquema de dilución a partir de un MRG de H₂S de alta concentración, se procedió a la adquisición del MRG correspondiente (1000 ppm) para realizar la preparación y dos MRG adicionales, para la validación del DGT (1 ppm, 11 ppm). Los MRG de H₂S fueron adquiridos, en Houston, Tx. a la empresa DCG Partnership, que cuenta con amplia experiencia en la preparación de mezclas para la industria del GN; DGC® emite certificados de validación correspondientes a cada cilindro, con esto garantizando una trazabilidad al MRG adquirido, declarado de la siguiente manera (Tabla 1Tabla 7), y anexado al presente documento [ANEXO A].

Tabla 7. MRG de H₂S

MRG o Gas Requerido	Concentración Solicitada [umol/mol]	Concentración Obtenida [umol/mol]	Impurezas [ppm]
Tipo de Cilindro: AL 30 Pasivado Con válvula tipo CGA 330 Preparación Gravimétrica, incertidumbre ≤1%(k=3) en masa	1	0,84	0,05
	10	11,0	0,05
	1000	957	2,45

Fuente: DGC Partnership

4.2.3 Cilindros. Los cilindros que contienen el MRG (figura 15), están constituidos de una aleación de aluminio 6061-T6 los cuales son rigurosamente probados para garantizar, calidad, seguridad y tiempo de vida del mismo. Poseen las siguientes características Físicas (Tabla 8).

Figura 14. Cilindros de MRG



Tabla 8. Propiedades MRG

Cilindro	Presión servicio [Bar]	OD [cm]	Longitud [cm]	Peso Vacío [Kg]	Volumen Interno [cc]
AL 30	153	17.5	39.7	6.9	5899

Fuente: DGC Partnership; High pressure Aluminum Cylinder specifications


4.3 GAS CARRIER O GAS PORTADOR

También llamado matriz de dilución o gas blanco (en caso de análisis cromatográficos), este gas corresponde a la matriz con la que diluyó el MRG en primera instancia, y que por conveniencia debe corresponder al gas de mayor proporción en la mezcla del DGT. Este gas y sus trazas de contaminantes no deben reaccionar con el analito de interés, para evitar pérdidas por reacciones químicas. Adicionalmente, el método analítico para el cual es preparado el MRG no debe proveer respuesta alguna al gas cero o a sus trazas contaminantes.

Debido a que los MRG que se adquirieron se mezclaron en una matriz de Nitrógeno (N_2), el gas de dilución del dispositivo será, por conveniencia este mismo gas.

4.3.1 Nitrógeno (N_2). Es un gas inerte, incoloro, inodoro e insípido que constituye aproximadamente las cuatro quintas partes del aire atmosférico, si bien no interviene en la combustión ni en la respiración. Condensa a 77 K y solidifica a 63 K empleándose comúnmente en aplicaciones criogénicas (Tabla 9).

Tabla 9. Propiedades Físicas de Nitrógeno

Fórmula Estructural	Fórmula Molecular	Apariencia	Masa Molar	Punto de Fusión	Punto de Ebullición
	N_2	Incoloro	28.0134 g/mol	63.14 K (-210 °C)	77.35 K (-196°C)

Fuente: Connelly, Neil G. (2005). «Nomenclature of inorganic chemistry - IUPAC recommendations»

Figura 15. Cilindro de Nitrógeno



Grado 5.0 Analítico.

$O_2 < 1 \text{ ppm}$

$H_2O < 2 \text{ ppm}$

$THC < 0,5 \text{ ppm}$

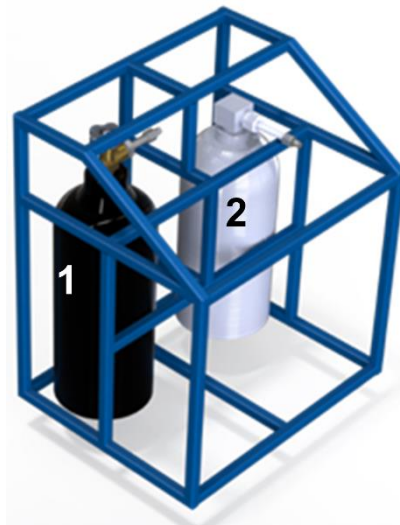
$CO < 1 \text{ ppm}$

$CO_2 < 1 \text{ ppm}$

También se usa, por su baja reactividad, como atmósfera inerte en tanques de almacenamiento de líquidos explosivos, durante la fabricación de componentes electrónicos (transistores, diodos, circuitos integrados, etc.) y en la fabricación del acero inoxidable.

Se especificó como gas de dilución el Nitrógeno grado 5.0 (impurezas < 0,5 ppm), pero debido a que no se prepara en el país, y para evitar la dependencia de la compra periódica de este insumo en el extranjero, se optó por la opción de adquirir Nitrógeno grado laboratorio nacional (°4.5) e implementar un sistema de filtrado químico para retirar las impurezas y obtener N_2 grado 5.0 o mejor.

Figura 16. Ubicación de los cilindros dentro del sistema



5. DISEÑO DEL SISTEMA

Este capítulo tiene como objetivo analizar los requerimientos del sistema de acondicionamiento y suministro de los gases a condiciones controladas y la descripción de los subsistemas necesarios para ello. Primero, se presentaran los requerimientos tecnológicos del dispositivo generador de MRG, a continuación, los subsistemas necesarios para cumplir con los parámetros, presentando así el dispositivo de acondicionamiento y suministro de gases.

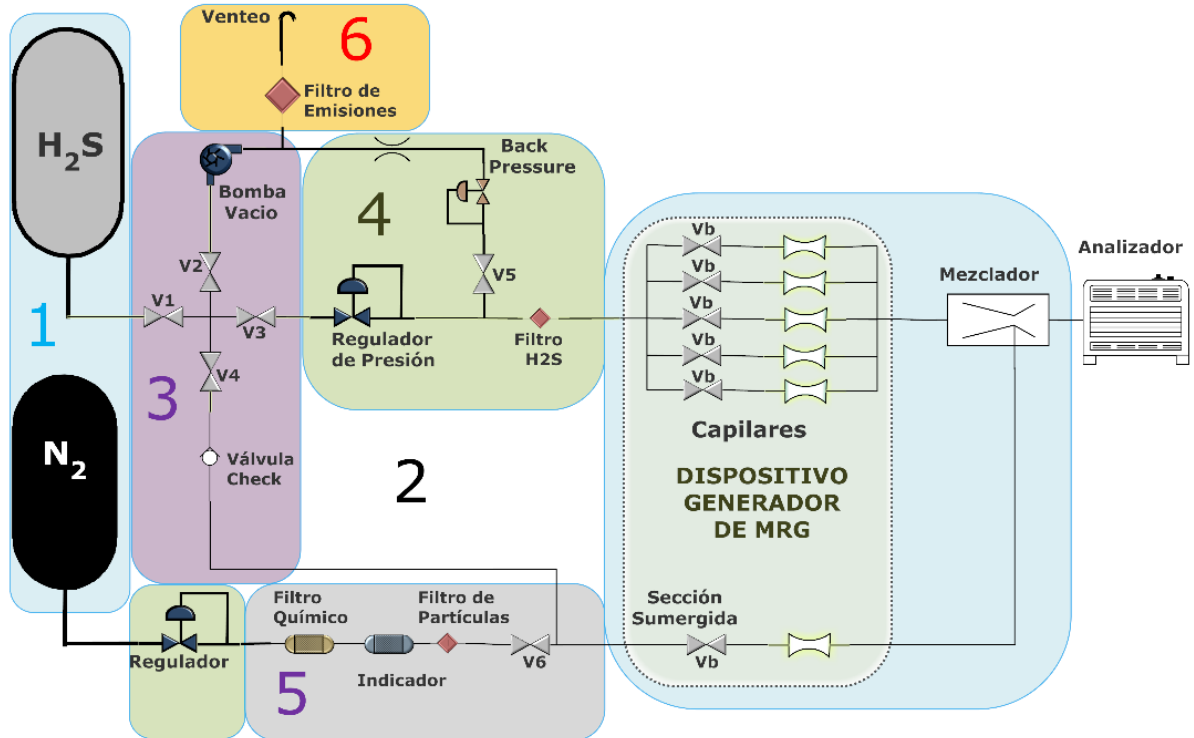
5.1 PARÁMETROS DE DISEÑO

El proyecto, delimitó una cantidad de gases de dilución, determinó que el dispositivo puede ser llevado con facilidad a cualquier lugar, debe tener las menores dimensiones posibles, también de fácil manejo y mantenimiento, por último, su estructura debe ser altamente resistente a ambientes corrosivos. De acuerdo a esto se establecieron los siguientes parámetros de diseño:

- ✓ El sistema de suministro y acondicionamiento debe ser compatible con los gases contaminantes presentes en el aire ambiente y el GN
- ✓ Tipo de operación: manual, para facilitar el uso en la planta
- ✓ Regulación de presión desde 2000 psi - 200 psi (presión en los cilindros) hasta 110 psia - 60 psia (presión de suministro al dispositivo) Caudal de suministro entre 1 dm³/min y 3 dm³/min para el gas *carrier* y de 1 cm³/min a 150 cm³/min para el gas reactivo a temperatura ambiente.
- ✓ Suministrar un gas *carrier* UHP.
- ✓ Presiones con estabilidad mejores al 1%.
- ✓ Materiales con propiedades anti corrosibles.

5.2 SUBSISTEMAS

Figura 17. Proceso de acondicionamiento y suministro de gases al dispositivo dilutor



- | | |
|----------------------------------|---|
| 1- Sistema de Suministro | 2- Líneas de transporte de H ₂ S |
| 3- Sistema de limpieza de líneas | 4- Regulación de presión |
| 5- Sistema de filtrado | 6- Sistema de control de emisiones |

Para dar cumplimiento a los requisitos mencionados, se tiene un flujo de proceso (Figura 17), iniciando con el estudio del gas criterio ya realizado y termina con el control de emisiones de gas reactivo a la atmósfera. Con el objetivo de facilitar el diseño y la selección de los elementos con los cuales se va a realizar el proyecto, a cada subsistema se le atribuyó un capítulo distribuidos de la siguiente manera:

- Transporte de gases: Capítulo 6
- Sistema de purgado y limpieza de las líneas: Capítulo 7
- Sistema de regulación de presión: Capítulo 8

- Sistema de purificación y filtrado de las líneas: Capítulo 9
- Sistema de control de emisiones a la atmósfera: Capítulo 10
- Adquisición y muestreo de datos: Capítulo 11
- Bastidor o soporte: Capítulo 12

A continuación, se muestra la apariencia virtual del sistema de suministro y acondicionamiento de gases para un dispositivo de dilución de MRG realizado en Solidworks 2014® con sus principales componentes.

Figura 18. Render sistema de acondicionamiento de gas para el dilutor



6. SELECCIÓN DE MATERIALES

En este capítulo se estudiará el transporte de los gases del dispositivo y las cualidades de los materiales para cumplir con el requerimiento de la compatibilidad del dispositivo con cualquier tipo de gas contaminante y las dimensiones del mismo. Primero, se estudiará el fenómeno adsorptivo que generalmente presentan los gases reactivos, posteriormente, el material del cual pueden estar compuestas las tuberías, para garantizar baja adsorción en las líneas, para ello se realizará una revisión de la literatura y fabricantes relacionando los principales materiales que usualmente son utilizados para transportar gases reactivos como el H₂S a nivel industrial, basado en ello, se realizará una evaluación experimental para determinar el tiempo de respuesta de algunos materiales al contacto con una concentración determinada de H₂S.

6.1 TRANSPORTE DE H₂S

En la industria de extracción de GN, se considera al sulfuro de hidrógeno (H₂S) como una de las mezclas más peligrosas debido principalmente a: a) Aumento de la velocidad de corrosión de la línea de tubería, b) Fragilización por hidrógeno de los materiales estructurales. Para mitigar estos efectos, los equipos necesitan ser diseñados con materiales especiales que tengan propiedades biocompatibles, anticorrosivas y altamente resistentes a la fractura.

Estas cualidades físicas y químicas del material, para países como EEUU, Rusia y algunos países de Asia central, es especialmente importante, ya que en algunos de sus depósitos de petróleo o gas pueden contener hasta un 30% en volumen de H₂S. Dicho esto, es relevante determinar las condiciones de servicio para elegir los materiales óptimos y así, garantizar la vida útil de los equipos implicados.

6.1.1 Adsorción de H₂S. La adsorción es uno de los problemas que más preocupa a los fabricantes de equipos que utilizan H₂S debido a la alta actividad química al contacto con las superficies, líneas de flujo o cualquier accesorio que entre en contacto con el gas. Para estimar una estabilidad en las concentraciones de H₂S que fluyen por la línea, es necesario modelar el proceso de adsorción/desorción de una línea de flujo.

6.1.2 Comportamiento del H₂S en una línea de flujo. Para conocer el comportamiento del H₂S, es necesario conocer su operación a diferentes condiciones de presión, temperatura y caudal, por eso es necesario realizar un modelo matemático para estimar el proceso de adsorción/desorción que ocurre en la parte interna de la tubería, definiendo así un tiempo de estabilización de la concentración objetivo del dispositivo. Para realizar este modelo matemático de la dispersión del H₂S a través de las líneas de flujo, se tiene como fundamento el desarrollo realizado por Yao *et al*²⁰. la cual se basa en 2 mecanismos:

- Difusión de H₂S en la parte libre del fluido
- Interacción del H₂S gaseoso con las paredes sólidas

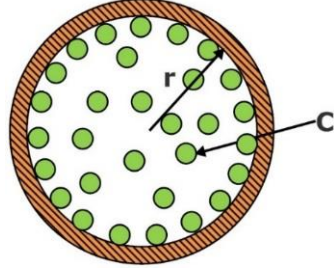
Se tienen las siguientes simplificaciones:

- La concentración de H₂S no varía en la sección transversal de la tubería únicamente en su sección longitudinal y a través del tiempo (Figura 19).

$$C_1 = C_2 = C_3 \quad (2)$$

²⁰ YAO, Junpin. et al. Application of Pressure-Cycle Purge (PCP) in Dry-down of UltraHighPurity Gas Distribution Systems. *En: Chemical Engineering Science.*, vol. 65, no. 17, p.. 41-57, doi:10.1016/j.ces.2010.06.002.

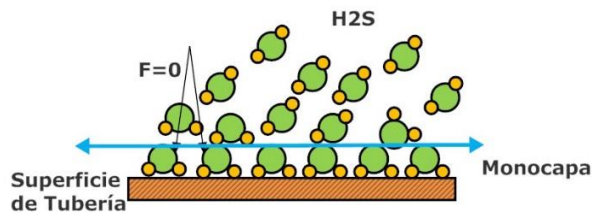
Figura 19. Concentración transversal en una línea de tubería



Fuente: El autor basado en (Yao et al. 2010)

- No existe interacción entre las moléculas adsorbidas en la superficie (Figura 20) lo cual es aplicable a un equilibrio adsorción/desorción en la monocapa []

Figura 20. Concentración en la superficie



Fuente: El autor basado en (Yao et al. 2010)

6.1.3 Modelado Adsorción/Desorción en Superficie de Líneas de Flujo. El equilibrio adsorptivo/desorptivo en la superficie en contacto con H₂S depende de:²¹:

- a. La concentración del gas en la parte libre del fluido (C_g) (Figura 19)
- b. El número de posiciones libres para el posicionamiento de las moléculas de hidrógeno, los cuales dependen de la rugosidad de la superficie (Figura 20).

La formulación del modelo consiste en primero, en la ecuación de Navier Stokes para describir el movimiento del fluido:

²¹ DITTLER, Roy Frank. Reducing Ultra High Purity Gas Consumption by Characterization of Trace Contaminant Kinetic and Transport Behavior in UHP fabrication Environments, Arizona: University of Arizona Department Of Chemical And Environmental Engineering, 2014. 148 p.

$$\rho_i \left(\frac{\partial u_i}{\partial t} + u_i \cdot \nabla u_i \right) = -\nabla P_i \quad (3)$$

A continuación se asume la continuidad del gas que fluye en el volumen de control:

$$\frac{\partial \rho_i}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho_i u_i) = 0 \quad (4)$$

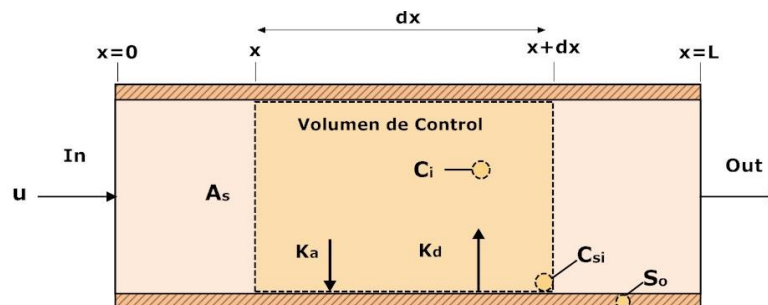
Luego un balance de masas realizado en la superficie libre del gas que incluye la acumulación convectiva, dispersiva y el balance adsorción desorción respectivamente en cada término:

$$\frac{\partial C_i}{\partial t} = \underbrace{-\nabla \cdot (u_i C_i)}_{\text{Convección}} + \underbrace{\nabla \cdot (D_s \nabla C_i)}_{\text{Adsorción}} + \underbrace{\frac{4}{d_i} [k_a C_{si} - k_d C_i (S_o - C_{si})]}_{\text{Desorción}} \quad (5)$$

Por último, un balance de masa en la superficie del material que incluye una acumulación, luego una difusión en la superficie

$$\frac{\partial C_{si}}{\partial t} = \underbrace{\nabla \cdot (D_s \nabla C_{si})}_{\text{Convección}} + \underbrace{k_a C_i (S_o - C_{si})}_{\text{Adsorción}} - \underbrace{k_d C_{si}}_{\text{Desorción}} \quad (6)$$

Figura 21. Esquema del transporte de unidimensional en una línea de Tubería



Fuente: El autor basado en (Yao et al. 2010)

Donde:

C_{si} = Concentración de H_2S en la superficie

P_i = Presión

S_o = Capacidad de adsorción de la superficie	ρ_i = Densidad
C_i = Concentración de H ₂ S en fase gas en la sección i	D_i = Coeficiente de difusión
d_i = Diámetro interno de la línea de flujo	V_i = Velocidad en la sección i
k_a = Constante de adsorción	k_d = Constante de desorción

El modelo transitorio da una idea del tiempo de respuesta del sistema ante el paso de una concentración determinada y depende exclusivamente del tiempo que demore el equilibrio adsorción desorción en las paredes que están en contacto con el gas, de esta manera optimizar los desperdicios de gas al ambiente y reduciendo los costos de operación del equipo

Por otra parte, el balance de masas es igual a un término de reacción (luego de logrado el equilibrio de adsorción y desorción), más la suma de los flujos convectivos, difusivos en la superficie multiplicado por la longitud o área característica.

El flujo difusivo en la superficie J_i^s . Es el flujo másico por unidad de longitud y está multiplicado por la circunferencia de la tubería en la zona i donde D_s es la difusión superficial:

$$J_i^s = -D_s \frac{dC_{si}}{dx} \quad (7)$$

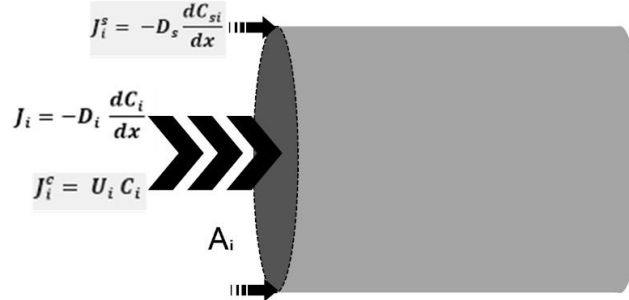
Flujo Dispersivo J_i . Flujo másico por unidad de longitud que depende de la dispersión del fluido:

$$J_i = -D_i \frac{dC_i}{dx} \quad (8)$$

Flujo Convectivo J_i^c . Es el flujo másico por unidad de área depende de la velocidad del fluido (U_i):

$$J_i^c = U_i C_i \quad (9)$$

Figura 22. Esquema del transporte de masa en una línea de tubería



Fuente: Adaptado de Dittler, Roy. 2014

Realizando la sumatoria de los flujos implicados se tiene:

$$\pi r_i^2 J_i^c |_{x=x} + \pi r_i^2 J_i^s |_{x=x} - \pi r_i^2 J_i^c |_{x=x+\Delta x} - \pi r_i^2 J_i^s |_{x=x+\Delta x} \quad (10)$$

Reemplazando cada término:

$$\begin{aligned} \pi r_i^2 U_i C_i |_{x=x} - \pi r_i^2 D_i \frac{dC_i}{dx} |_{x=x} - \pi r_i^2 D_s \frac{dC_{si}}{dx} |_{x=x} \\ = \pi r_i^2 U_i C_i |_{x=x+\Delta x} - \pi r_i^2 D_i \frac{dC_i}{dx} |_{x=x+\Delta x} - \pi r_i^2 D_s \frac{dC_{si}}{dx} |_{x=x+\Delta x} \end{aligned} \quad (11)$$

El equilibrio de adsorción y desorción se consideran como una relación entre la concentración del gas en la fase libre y la concentración en la superficie de manera constante²²

$$\frac{C_{si}}{C_i} = K_{eq} \quad (12)$$

A partir de las definiciones anteriores se simplifica el modelo reemplazando en la ecuación 11 se tiene:

$$U_i C_i |_{x=x} - \left[D_i - \frac{2}{r_i} D_s K_{eq} \right] \frac{dC_i}{dx} |_{x=x} = U_i C_i |_{x=x+\Delta x} - \left[D_i - \frac{2}{r_i} D_s K_{eq} \right] \frac{dC_i}{dx} |_{x=x+\Delta x} \quad (14)$$

²² LEVENSPIEL, O. Chemical Reaction Engineering. New York: Wiley, 1999.

Donde se define el coeficiente de dispersión efectiva (D_{ei}) como:

$$D_{ei} = D_i - \frac{2}{r_i} D_s K_{eq} \quad (15)$$

Utilizando la definición de la derivada, se genera la forma final del modelo:

$$0 = \lim_{\Delta x \rightarrow 0} \left(-U_i \frac{C_i|_{x=x+\Delta x} - C_i|_{x=x}}{\Delta x} + D_{ei} \frac{\frac{dC_i}{dx}|_{x=x+\Delta x} - \frac{dC_i}{dx}|_{x=x}}{\Delta x} \right) \quad (16)$$

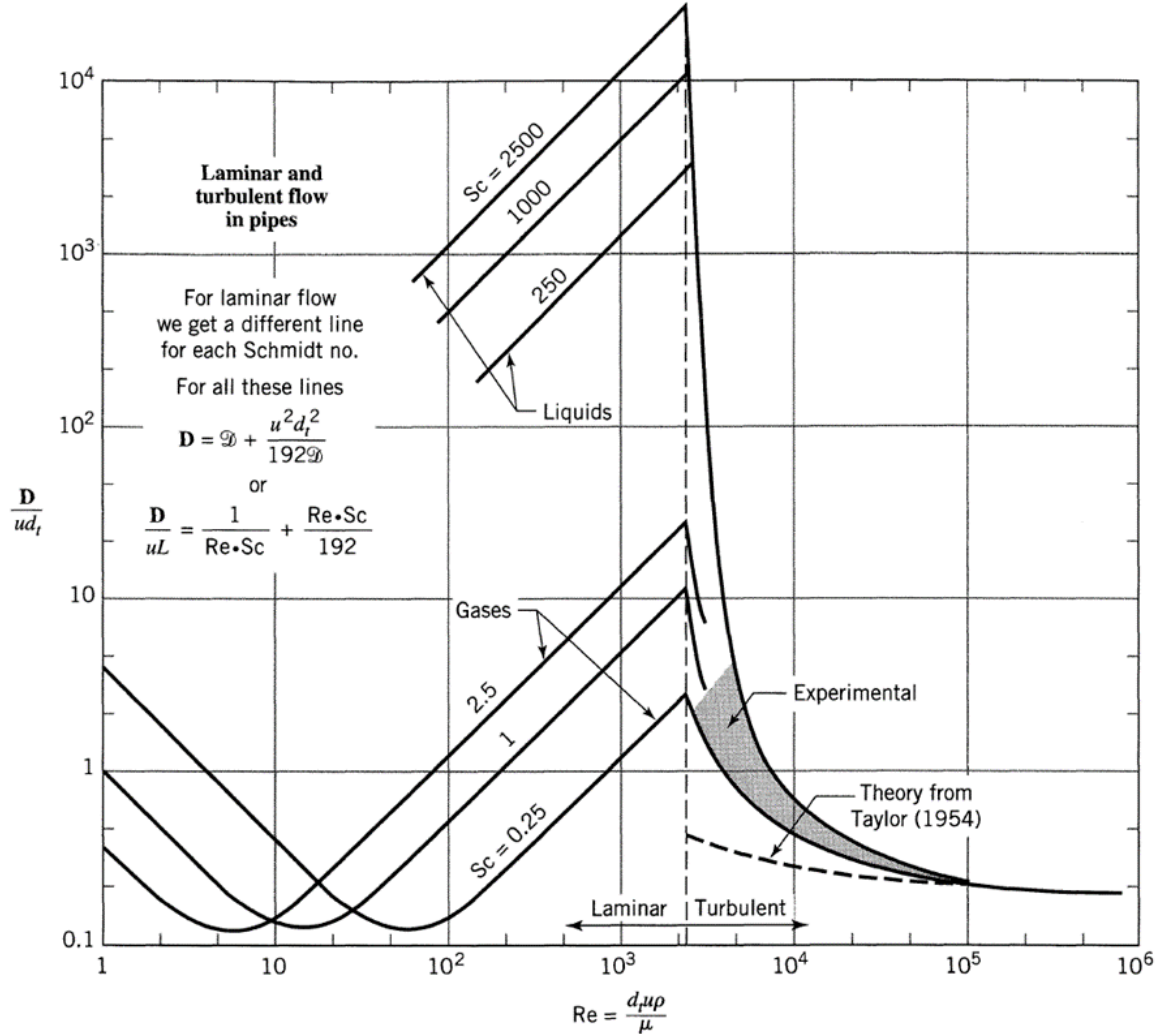
$$0 = -U_i \frac{dC_i}{dx} + D_{ei} \frac{d^2C_i}{dx^2} \quad (17)$$

La ecuación 14 hace referencia al coeficiente de dispersión efectivo en una línea de tubería el cual se ha calculado a lo largo del tiempo de manera experimental como función del número de Reynolds (Re). A continuación, se define el coeficiente de dispersión para **Reynolds menores a 2100** por medio de la ecuación de Aris-Taylor como:

$$D_i = D_m + \frac{U_i^2 d_i^2}{192 D_m} \quad (18)$$

Con D_m como el coeficiente de difusividad molecular de H₂S dentro del gas *carrier* en la figura 29 se puede apreciar el comportamiento del coeficiente de difusividad molecular para diferentes números de Reynolds y números de Schmidt

Figura 23. Correlación del coeficiente de difusividad molecular con números de Reynolds



Fuente Dittler, Roy. 2014²³

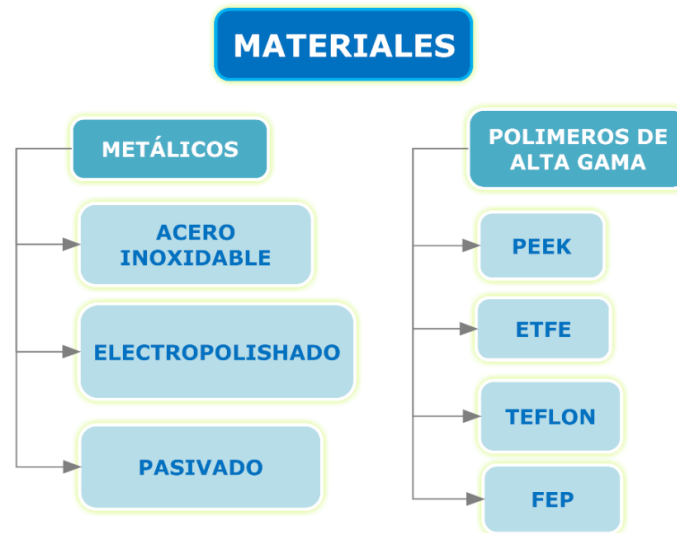
6.2 MATERIALES ALTERNATIVOS PARA EL TRANSPORTE DEL GAS

Según los requerimientos del dispositivo, el material debe ser compatible para cualquier tipo de gas reactivo, por esta razón, las propiedades del material de las líneas de tubería y accesorios del dispositivo, deben tener las siguientes características:

²³ DITTLER, Roy. Reducing Ultra-High-Purity (Uhp) Gas Consumption by Characterization of Trace Contaminant Kinetic and Transport Behavior in UHP Fabrication Environments. Trabajo de grado Chemical Engineering. Arizona: University of Arizona. Department of Chemical and Environmental Engineering, 2014. 193 p.

- Baja reacción adsorptiva con los gases (biocompatible)
- No Higroscópico*
- Resistente a esfuerzos a tensión (hasta 2000 psi)
- Maquinabilidad del material para obtener bajas rugosidades de las superficies en contacto ($Ra < 5\mu m$)
- Costo de adquisición similar a los materiales usados frecuentemente por la industria que maneja materiales reactivos en la industria del GN.

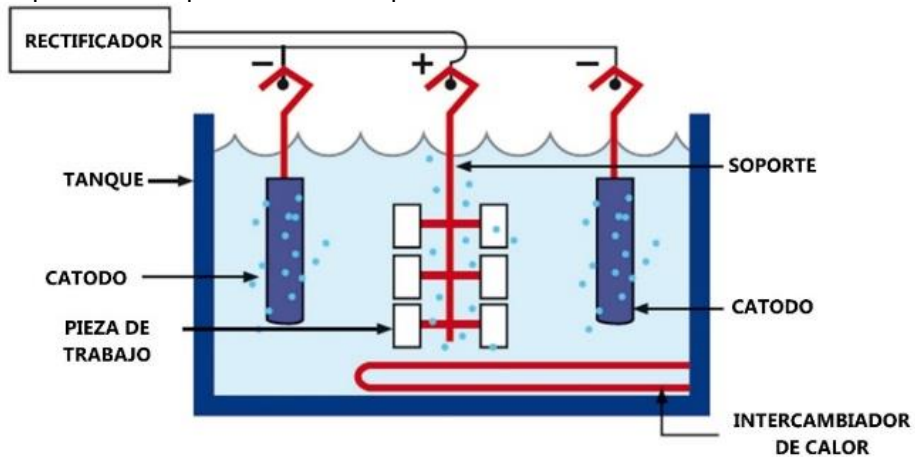
Figura 24. Materiales alternativos del dispositivo



6.2.1 Acero inoxidable Electropolishado. Es un técnica de tratamiento superficial mediante el cual el metal es electroquímicamente removido de la superficie ion por ion, el objetivo principal es reducir en gran medida la rugosidad e imperfecciones propias del acero inoxidable, aparte de eso dando un aspecto brillante, lo que reduce el riesgo de suciedad por la adherencia de residuos acompañado de menor riesgo de corrosión de la superficie alargando el tiempo de vida del material al cual se le realizó este proceso.

* Capacidad de un material de absorber humedad

Figura 25. Esquema de un proceso de electropolishado



El electropolishado remueve metal de la superficie mediante el paso de una corriente eléctrica que fluye por él, cuando es sumergido en un baño electrolítico con una composición específica (Figura 25). Para un proceso de electropolishado de alta calidad, es necesario seguir los siguientes pasos de manera rigurosa.

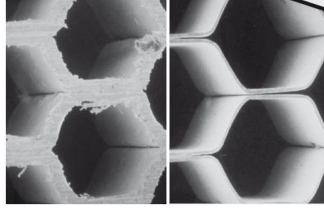
Figura 26. Pasos para un Electropolishado de alta calidad



Fuente: Euroinox "Materials and applications series, Volume 11"

Debido a que el electropolishado no tiene ningún tipo de efecto mecánico, químico o térmico sobre la pieza a tratar, las más pequeñas y frágiles piezas pueden ser tratadas sin ningún efecto en la forma o tamaño (Figura 27).

Figura 27. Desbarbado Acero Inoxidable por medio del electropolishado



Fuente: Euroinox "Materials and applications series, Volume 11"

6.2.2 Acero Inoxidable Pasivado. El proceso de pasivar químicamente un acero inoxidable está basado en una patente, en este proceso se le realiza un calentamiento al vacío a la pieza a tratar, luego, al alcanzar la temperatura apropiada, se hace reaccionar químicamente la superficie en contacto con una nube de silicona gaseosa formando una capa protectora, este proceso se realiza varias veces llevando la pieza a la temperatura ambiente y repitiendo el proceso, así, se superponen los recubrimientos penetrando en la superficie de manera más profunda agregándole durabilidad al tratamiento.

Figura 28. Accesorios Pasivados con silicona



Fuente: SilcoTek® "Application note"

Ideal para superficies que se encuentra expuestas al contacto con sulfuros, mercurio y elementos con pH's entre 8 y 9; disponible en una amplia variedad de accesorios como válvulas, uniones, tubería, entre otros. A continuación algunas características.

6.2.2.1 Bajos Niveles de Adsorción. Según SilcoTek® (compañía dueña de la patente), los accesorios compuestos de materiales como vidrio, aceros inoxidables y algunas aleaciones sufren pérdida de muestra al entrar en contacto con la superficies, con este tipo de recubrimiento se elimina prácticamente dicha pérdida para elementos como:

- Sulfuros (H₂S, SO₂)
- NO_x (Oxidos de Nitrógeno)
- Alcoholes
- Explosivos

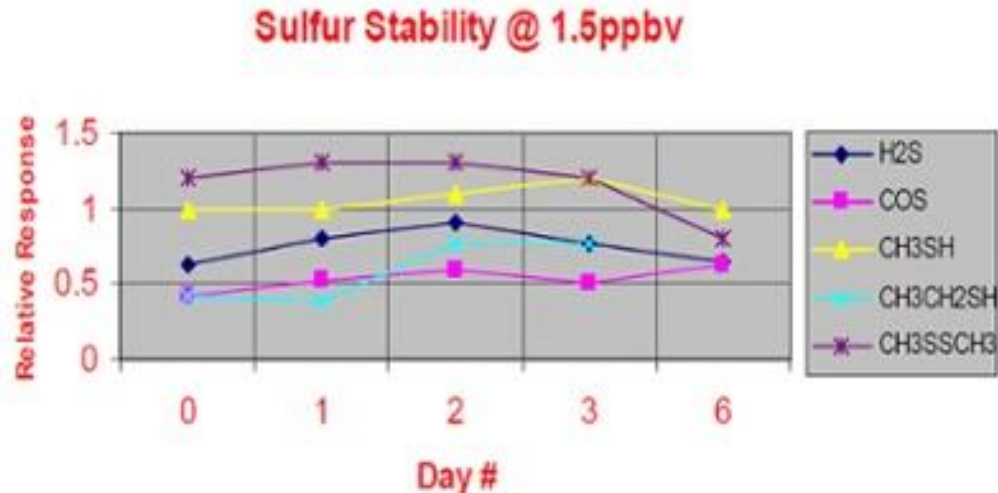
Figura 29. Adsorción en líneas de flujo pasivadas y no pasivadas



Fuente: SilcoTek® "Application note"

6.2.2.2 Mejora los Límites de Detección. En el muestreo de compuestos azufrados, se empujan los límites de detección, con este tratamiento los detectores pueden garantizar sensibilidades de hasta partes por trillón (ppt), ya que el transporte del analito de interés no se pierde el camino, garantizando detecciones precisas y confiables (Figura 29).

Figura 30. Estabilidad de diferentes muestras con el paso de días dentro de un cilindro pasivado



Fuente: SilcoTek® "Application note"

6.2.3 Polímeros de Alta Gamma.

6.2.3.1 ETFE (Ethylene-Tetra Fluoro Ethilene). Es un polímero termoplástico de baja permeabilidad resistente al calor, corrosión y a los rayos UV. Es transparente con alta resistencia química y mecánica (corte y abrasión) soporta temperaturas de hasta 170 °C. Es procesado mediante la extrusión, moldeo por inyección, compresión y presión de líquido.

6.2.3.2 FEP (perfluoroalkoxyalkane). Ofrece excelente resistencia química y baja permeación, virtualmente parecida a la del ETFE; trabaja a temperaturas inferiores a 80°C y bajas presiones; disponible en variedad de tamaños (desde 1/32"), en múltiples colores, lo que facilita un código de colores para la identificación del flujo que pasa a través de él, tolerancias adecuadas consistentes a microfluidos. A continuación una tabla comparativa de las características de los fluoropolímeros descritos anteriormente (Tabla10)

Figura 31. FEP



Fuente: Upchurch Scientific®

Tabla 10. Comparación de las cualidades principales de fluoruropolímeros

Especificación	ETFE	FEP
Temperatura de Operación [°C]	-51 – 50	-51 - 80
Presión Máx. [psi]	1000	1000
Tolerancia	±0.001" (25 µm) para 1/16" ±0.003" (75 µm) para 1/8"	±0.001" (25 µm) para 1/16" ±0.003" (75 µm) para 1/8"
Rango de pH	1 – 14	1 – 14
Técnica de Esterilización	Térmica, Óxido de Etileno	Óxido de Etileno

Fuente: Upchurch Scientific®

6.2.3.3 PEEK (Poly Ether Ether Ketone). De acuerdo con el fabricante (Upchurch Scientific®) (ANEXO C) el polímero PEEK es un miembro de la familia de ketonas. Tiene excelente resistencia química a prácticamente todos los disolventes utilizados comúnmente; Temperatura de uso continuo de 250°C con grandes propiedades mecánicas como resistencia a la deformación, hidrólisis y radiación; acompañadas de baja inflamabilidad.

Figura 32. Accesorio en PEEK



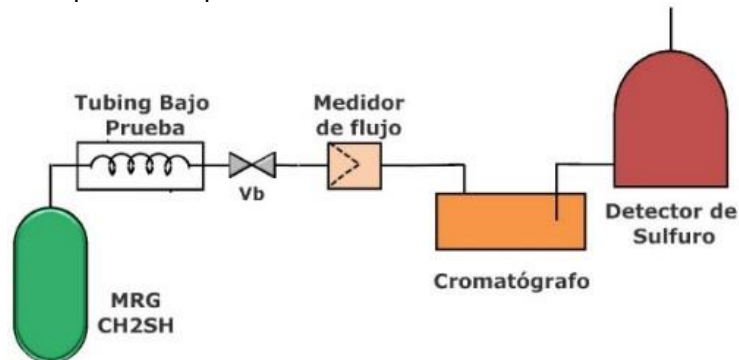
Fuente: Vitex® "material properties guide"

El PEEK es utilizado frecuentemente en la industria aeronáutica, aeroespacial, semiconductores, procesos químicos de automoción e implementación como material de sellado en válvulas, compresores, bombas y demás accesorios. Dicho esto, el PEEK sería una óptima opción para reemplazar el acero inoxidable debido a su alta resistencia a esfuerzos de tensión (<5000 psi), facilidad de maquinado lo que incluye una gran variedad de accesorios y partes de ensamblaje.

6.3 EVALUACIÓN DE MATERIALES

Para el análisis y la selección del tipo de material que va a utilizar el dispositivo, se diseñó un experimento con los materiales más relevantes descritos anteriormente basados en un experimento que realizó *Shell Research Tecnology* en el 2004 en el cual se evaluaban los efectos de la adsorción de H₂S para líneas recubiertas con base sílice y sin ella, utilizando tubing de diámetro externo 1/8" y diámetro interno 0,002" (0.508 mm); en ese experimento se analizaron 3 tipos de material diferentes mediante el proceso mostrado en la Figura 33:

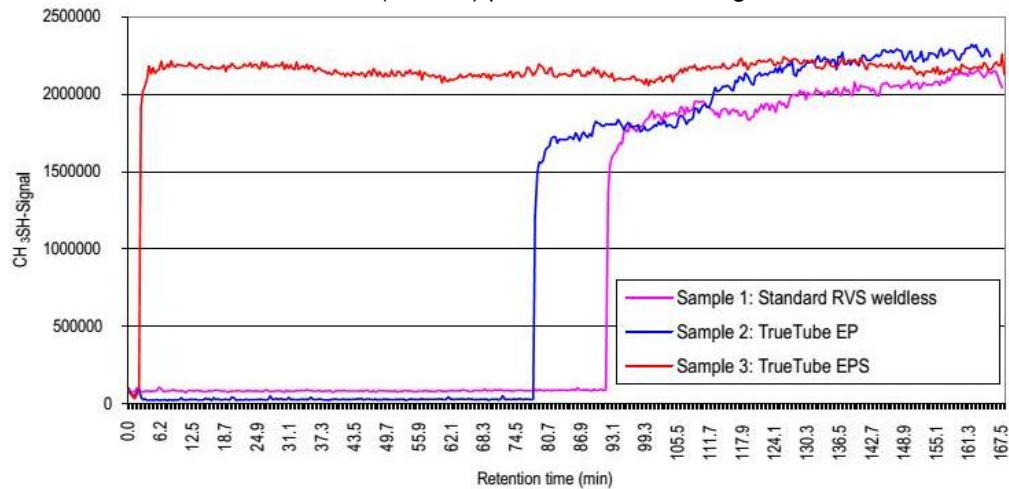
Figura 33. Diagrama de proceso experimento adsorción de Shell Reseach Tecnology



- Acero inoxidable sin costura (RVS ó SS)
- Acero inoxidable electropolishado (EP ó SSEP)
- Acero inoxidable electropolishado con recubrimiento a base de sílice (EPS)

Obtuvieron los siguientes resultados en la prueba (Figura 34), allí se puede observar el tiempo de respuesta del sistema a una concentración de Metilmetacaptano

Figura 34. Gráfica de la adsorción del (CH₃SH) para diferentes tubing



Fuente: Testing Electropolished Silica Steel Coated Tubing on Adsorption of" 2004

Del experimento se pudo concluir que el efecto de la adsorción y la desorción para materiales con recubrimientos internos en base Sílice es mucho menor que para los que simplemente se electropolishan o aquellos que no tienen ningún tipo de tratamiento en las superficies.

6.3.1 Diseño del Experimento. Para desarrollar el experimento se dispuso de:

- Analizador con sensor Electroquímico para H₂S marca PEMTECH, Modelo 605H-25 (Figura 35) con Intervalo de medición desde 0,1 ppm hasta 25 ppm (Ver el anexo B).
- Gas de Referencia para la Calibración del Analizador un MRG de H₂S con 11 μmol /mol en balance Nitrógeno.
- Gas de trabajo para prueba: MRG de H₂S al 5,48 μmol/mol en balance Nitrógeno.

- Gas *carrier* o de arrastre usado como referencia cero para el Analizador y limpieza de las líneas del propio experimento, Nitrógeno grado 5.

Figura 35. Analizador PEMTECH usado en el experimento

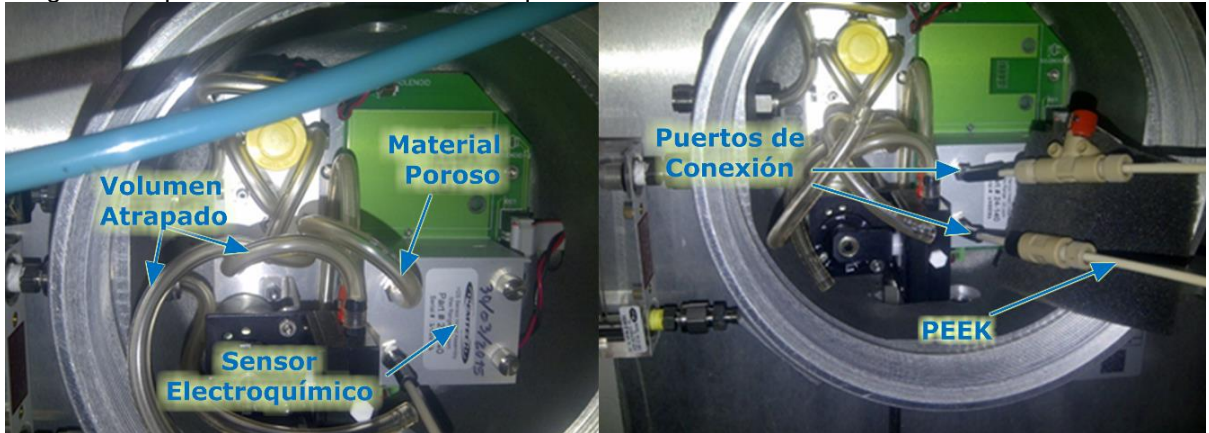


Condiciones de suministro al analizador:

- Temperatura ambiente: $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$
- Presión de Suministro: 10 psig (68,95 kPa) $\pm 0,1$ psig
- Caudal de suministro: 1 pie³/h (0,47 dm³/min)

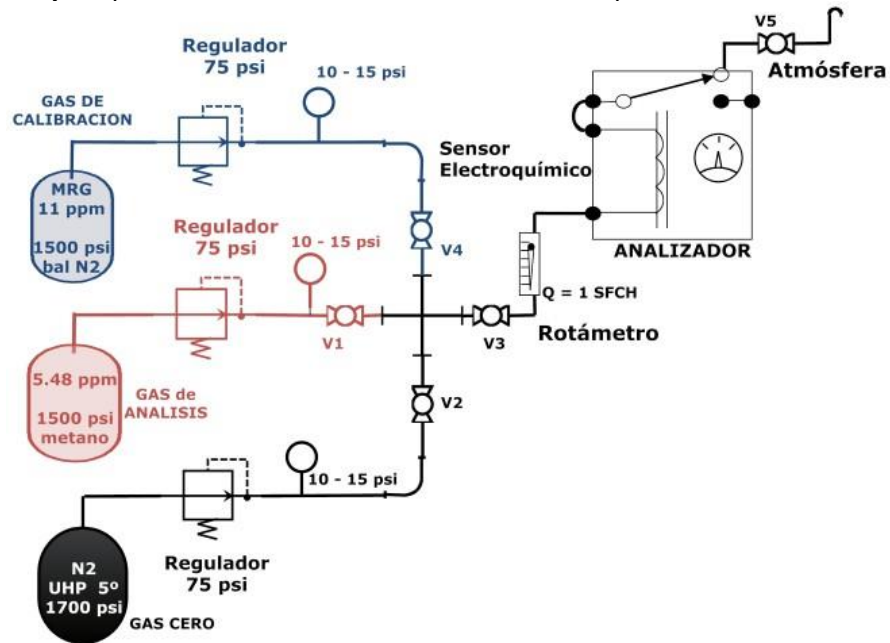
6.3.2 Desarrollo del Experimento. Una de las principales preocupaciones antes de poner en marcha el experimento era el alto volumen muerto que tienen estos equipos de fábrica, debido al desconocimiento del comportamiento del H₂S en una línea de flujo, por esta razón, se hizo necesario modificar internamente el analizador para optimizar dichos volúmenes atrapados y así, minimizar tiempos de respuesta propios del equipo (figura 36).

Figura 36 Optimización del sensor electroquímico



Para evaluar de manera detallada la lectura del sensor, se instaló un sistema de adquisición de datos para registrar la tensión del sensor electroquímico de H₂S. Los pasos realizados para el ensayo de cada uno de los materiales se describen brevemente a continuación y el esquema del montaje se muestra en la figura 37:

Figura 37 Montaje Experimental en la Evaluación de Materiales para el DGT



A continuación se describen las propiedades físicas de las tuberías bajo prueba (Tabla 11) calculando el Número de Reynolds con el caudal y condiciones de temperatura anteriormente descritas como:

$$Q = v * A \qquad A = \pi * \frac{d^2}{4} \qquad Q = 470 \frac{\text{cm}^3}{\text{min}}$$

Tabla 11. Materiales y Dimensiones de Tubing bajo prueba

Material	Nom.	Diámetro Nominal [in]	Diámetro Interno[in]	Diámetro Interno [mm]	Reynolds [A/D]
<i>Ethylene Tetrafluoroethylene</i>	ETFE	1/8	1/16	1,59	566
<i>Poly Ether Ether Ketone</i>	PEEK	1/8	1/16	1,59	566
Acero Inoxidable	SS	1/8	0,07	1,75	512
Acero Inoxidable Pasivado	EPS	1/4	0,15	3,86	233

Para calcular densidad y viscosidad cinemática del nitrógeno se utilizó NIST Refprop® (Tabla 11):

$$T \cong 20^{\circ}\text{C} \qquad \rho_{@P,T} = 0.79 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

$$P_{atm} = 10 \text{ psig} (68.85 \text{ kPa}) \qquad \mu = 17.56 \mu\text{Pa} * \text{s}$$

La Figura 37 Montaje Experimental en la Evaluación de Materiales para el DGT muestra el diagrama de proceso del montaje experimental para la evaluación de los materiales del dispositivo, donde con un simple swicheo de válvulas, se puede pasar cualquiera de los 3 gases tanto el gas cero como el de calibración del analizador y el gas de prueba. A continuación, en la Figura 38 se puede observar el montaje físico para la realización del experimento

Figura 38. Montaje Físico del experimento



6.3.3 Resultados en la Evaluación de los Materiales. Como se evidencia en la Figura 39, los resultados confirman que el material con mejor tiempo de respuesta del analizador fue el PEEK, seguido por el ETFE y posteriormente el EPS y como se esperaba, el SS fue el que menor rendimiento obtuvo. Para observar en detalle el grado de adsorción y desorción de los materiales evaluados, las Figura 40 y la Figura 41 contienen las gráficas correspondientes.

Figura 39 Resultados Experimentales Adsorción y Desorción

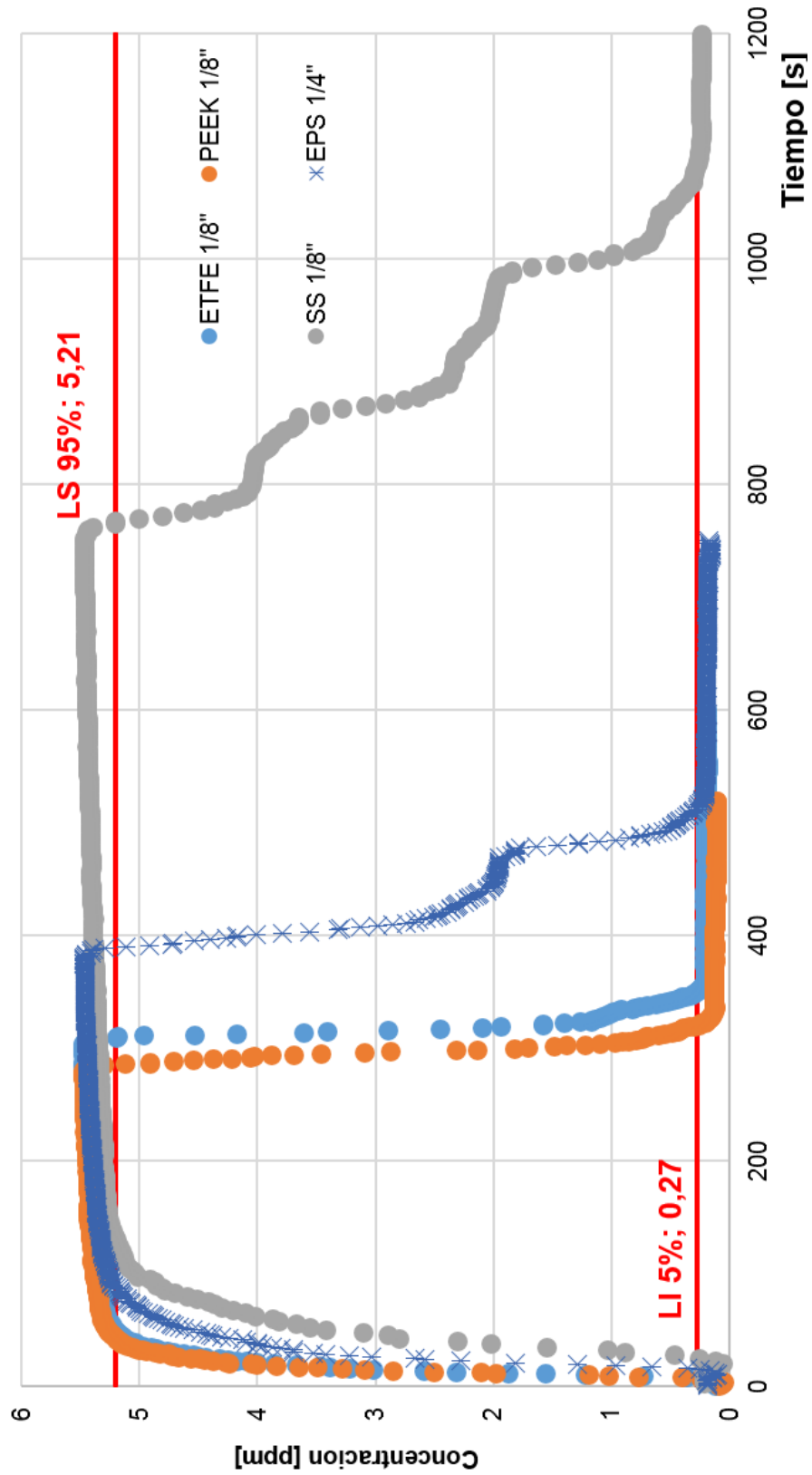


Figura 40 Resultados Experimentales con Detalle en la Adsorción

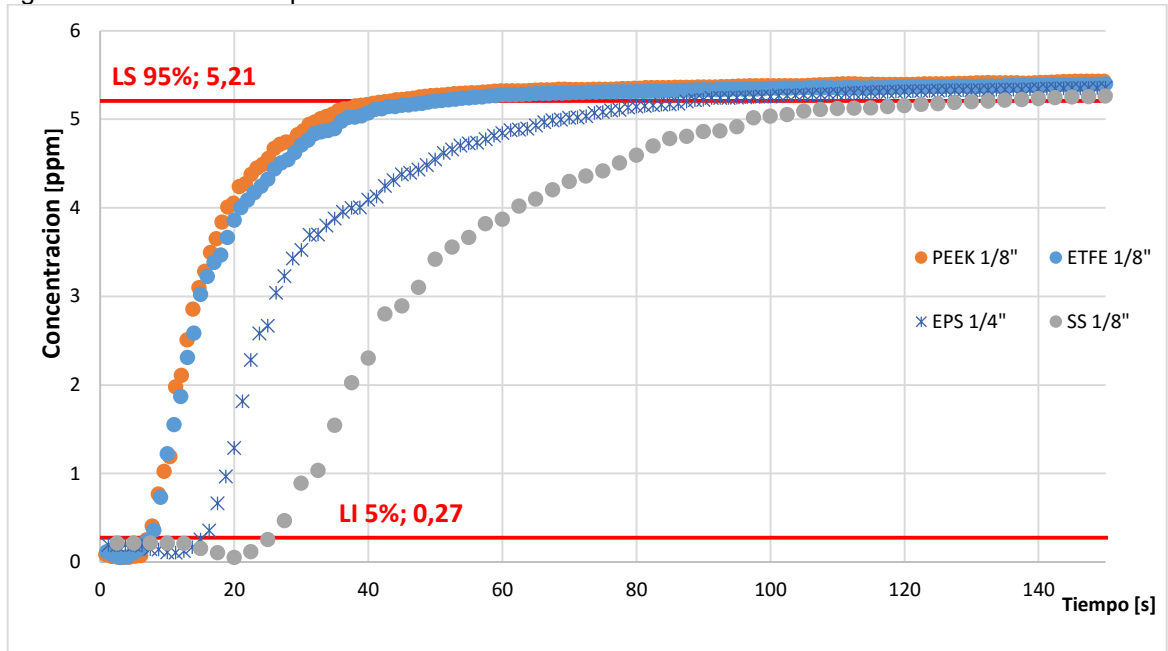
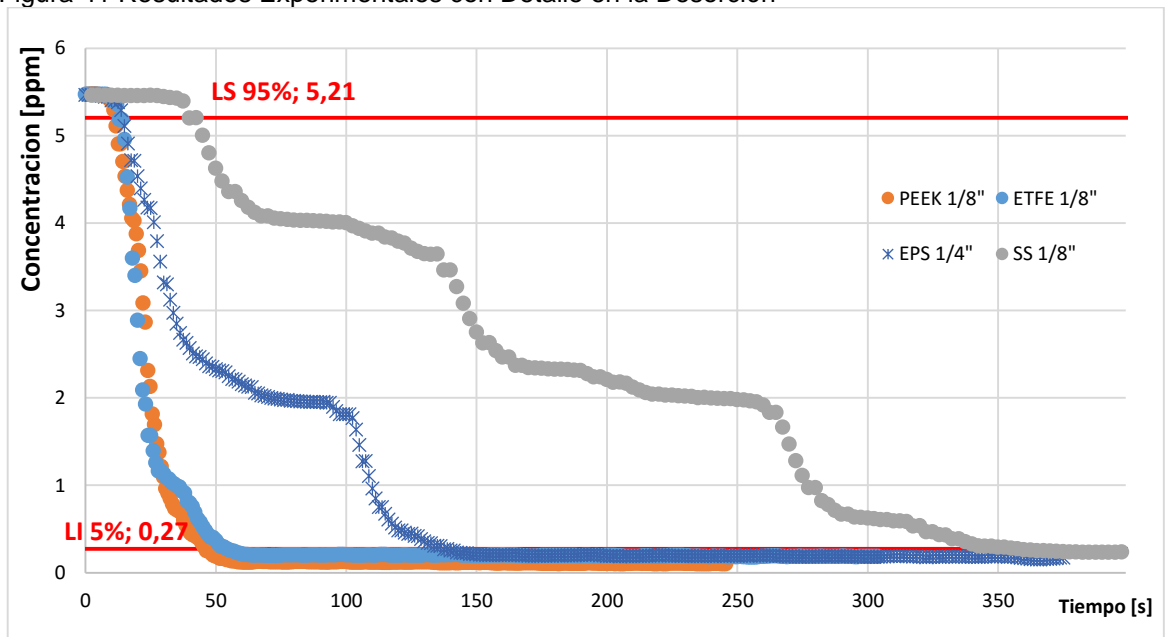


Figura 41 Resultados Experimentales con Detalle en la Desorción



Considerando un parámetro cuantitativo se calculó un tiempo de respuesta para la Adsorción como la diferencia de tiempo que tarda la señal del analizador entre el 5% hasta el 95% de la concentración del MRG de trabajo:

$$t_{ads} = t_{C_{H_2S} * 95\%} - t_{C_{H_2S} * 5\%} = 4.95 [s]$$

Para el tiempo de desorción, se calculó viceversa a este iniciando con el tiempo que demora en llegar desde el 95% hasta el 5% de la concentración.

$$t_{des} = t_{C_{H_2S} * 5\%} - t_{C_{H_2S} * 95\%} = 4.95 [s]$$

Los resultados se encuentran en la Tabla 12, donde se observa claramente que el PEEK es el material que con menor nivel de adsorción y más rápida desorción.

Tabla 12. Tiempos de respuesta para los Materiales bajo prueba

MRG	Proceso	Intervalo de Respuesta	PEEK 1/8"	ETFE 1/8"	EPS 1/4"	SS 1/8"
5,48 ppm de H ₂ S	Adsorción t _{5→95}	5% ⇒ 95%	36 s	44 s	74 s	107 s
	Desorción t _{95→5}	95% ⇒ 5%	34 s	42 s	124 s	318 s

6.4 PREDIMENSIONAMIENTO DE LAS LÍNEAS DE TRANSPORTE

Teniendo como base los requerimientos de caudal para el dispositivo, (ver numeral 5.1) se evaluaron los números de Reynolds que se utilizan típicamente en líneas de tubería del laboratorio, a continuación algunos cálculos de las dimensiones más importantes:

- **Área y volumen interno:** es el área efectiva que se encuentra en contacto con el gas para un determinado volumen en este caso por metro lineal de tubing:

$$A = \pi \cdot \frac{d_{in}^2}{4}$$

$$V = A \cdot l [m]$$

- **Numero de Reynold**

$$Re = v * d * \frac{\rho}{\mu}$$

Tabla 13. Número de Reynolds en Líneas de gas.

Diámetro Nominal del Tubing [Pulg]	Var.	Unid.	1/4"	1/8"	1/16"
Diámetro interno	d	mm	3,86	1,75	0,88
Área interna	A	mm ²	11,71	2,41	0,60
Volumen Interno por metro de tubing	V	cm ³	11,71	2,41	0,60
Caudal Volumétrico Requerido	Qv	dm ³ /min	2	2	2
Tiempo de transito por metro lineal	t	s	97,56	20,10	5,03
Velocidad media	v	m/s	0,17	0,83	3,32
Densidad N ₂ (20 °C y 101,325 kPa)	ρ@base=	kg/m ³	1,1889		
Viscosidad N ₂ (20 °C y 101,325 kPa)	μbase	Pa-s	1,76E-05		
Numero de Reynolds	Re	A/D	44,6	98,3	196,6

Los cálculos mostrados en la Tabla 13 indican que para los diámetros disponibles y el caudal requerido, el flujo será eminentemente laminar, y deberán utilizarse en la medida de lo posible diámetros menores o iguales a 1/8".

6.5 ELEMENTOS SELECCIONADOS

Como conclusión de este capítulo se hará un resumen de los elementos seleccionados luego del estudio realizado de las líneas de transporte del dispositivo.

6.5.1 Materiales. Evidentemente, luego de la búsqueda de los diferentes tipos de materiales compatibles y del experimento ejecutado, se seleccionó el PEEK para las líneas de transporte de gas reactivo que, debido a su bajo coeficiente de adsorción mejora en gran medida el tiempo de respuesta del dispositivo lo que tiene un efecto positivo en:

- 1) Disminución del tiempo de operación del dispositivo
- 2) Menores emisiones al ambiente
- 3) Ahorro de MRG
- 4) Menor tiempo de operario del equipo

Como una segunda opción está el acero inoxidable recubierto con Sílice (Sulfinet®) el cual se usará en elementos que no pueden ser elaborados en PEEK como los reguladores y accesorios de ensamblaje como codos, térs, uniones etc... que se encuentren sometidos a alta presión.

6.5.2 Dimensionamiento de Líneas de Tubería. Basados en el estudio de materiales mediante el experimento, y los requerimientos del sistema en cuanto a presión y caudal de trabajo, el dispositivo de suministro transportará los gases reactivos mediante tuberías de 1/8" y 1/16" de diámetro interno (como se resalta en la Tabla 13) constituidas en PEEK para las líneas principales (alta presión) y de ETFE para las líneas secundarias (baja presión).

7. SISTEMA DE PURIFICACION Y FILTRADO

Este capítulo se muestra el sistema de purificación y filtrado y la importancia que tiene para el dispositivo que por las líneas de gas *Carrier* y MRG fluyan gases con los menores contaminantes posibles, tanto químicos (Contenido de humedad, contenido de oxígeno o hidrocarburos) como físicos (material particulado).

7.1 SELECCIÓN DE FILTROS LINEA DE GAS *CARRIER*

Como se había mencionado en la sección 5.5, se especificó como gas de dilución el Nitrógeno debido a que el MRG está balanceado en este gas, sin embargo, en el país no se prepara Nitrógeno UHP grado 5 (< 1 ppm impurezas) es por este motivo que surge la necesidad de adquirir un Nitrógeno de laboratorio nacional (grado 4,5) y remover por medio de filtros químicos y físicos la impurezas que este pueda contener y aproximarse a un Nitrógeno UHP.

7.1.1 Filtros Químicos. La selección del filtro se basó en los siguientes parámetros:

- | | |
|------------------------|--|
| • Gas de trabajo | Nitrógeno (N ₂) |
| • Caudal de operación | 1,5 Lpms |
| • Presión de operación | 100 psig |
| • Impurezas a remover | Hidrocarburos, humedad, O ₂ |
| • Tipo de conexión | Tubing 1 / 8" OD |
| • Volumen del filtro | < 500 cm ³ |

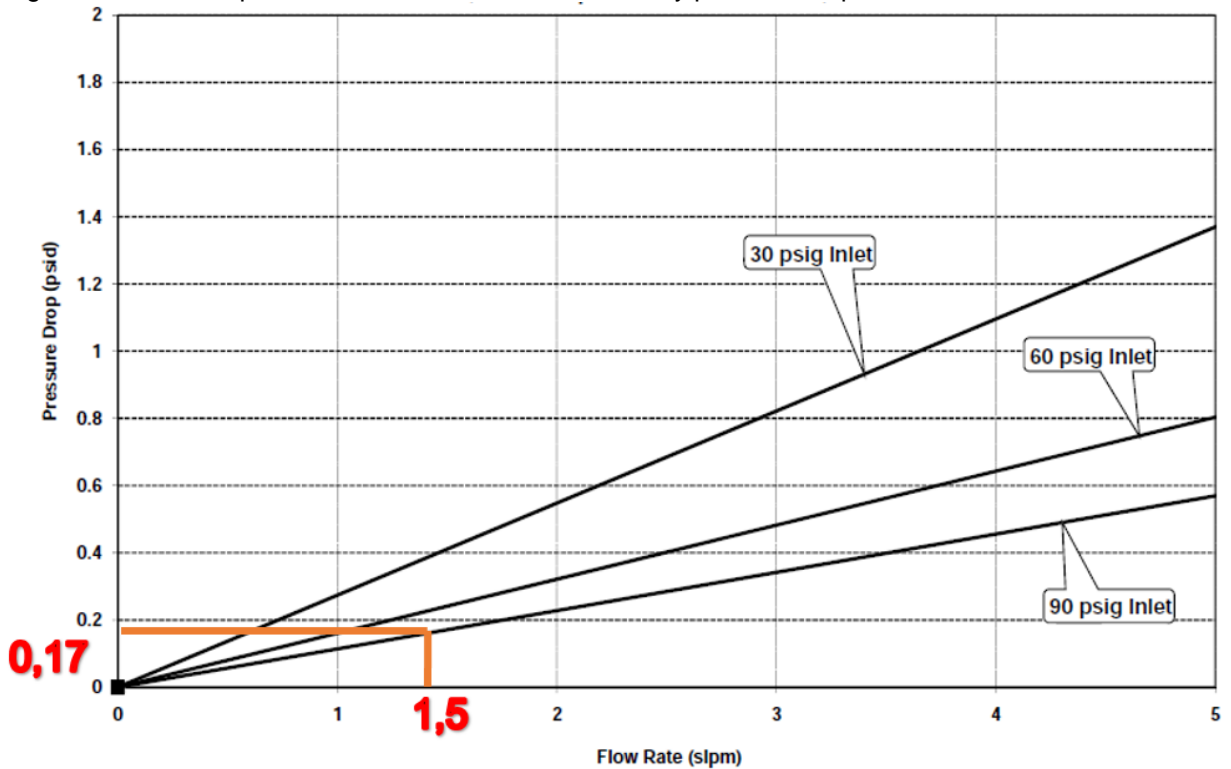
Basados en los parámetros anteriormente expuestos, se instaló un filtro triple que cumple con estas características. La figura 41 muestra una parte del catálogo donde el fabricante muestra las características del filtro seleccionado.

Figura 42. Capacidades y características del filtro triple

Filter Type	Gas Quality at Outlet	Maximum Pressure	Maximum Flow (L/min.)	Use For	H ₂ O (g)	Capacity O ₂ (mL)	Hydrocarbons (g)	Estimated Lifetime (years)
Moisture cat.#22467	>99.9999	11 bar 160psi	25	Inert carrier gas, helium, air, H ₂	21	NA	NA	>3
Oxygen cat.#22468	>99.9999	11 bar 160psi	25	Inert carrier gas	NA	3000	NA	>3
Hydrocarbon cat.#22466	>99.9999	11 bar 160psi	25	Inert carrier gas, helium, air, H ₂	NA	NA	36 ³	>3
Fuel Gas ¹ cat.#22465	>99.9999	11 bar 160psi	25	Inert carrier gas, helium, air, H ₂	10	NA	18 ³	>2
Triple ² cat.#22464	>99.9999	11 bar 160psi	25	Inert carrier gas	6	1000	12 ³	>2

El fabricante adiciona las siguientes características mostradas en la figura 44 donde se observa la caída de presión generada por el filtro con s respectivo caudal.

Figura 43 Caída de presión del filtro con base en caudal y presión de operación



7.1.2 Filtros de Partículas. Para los dos fluidos, se seleccionaron filtros físicos ya que los gases traen partículas consigo y no pueden ser removidas por los filtros químicos, en este sentido, el filtro debe ser compatible con el tipo de gas que fluirá por el mismo es por esta razón, que se seleccionaron filtros en acero inoxidable para el flujo del gas *carrirer* (N₂) y filtros en PEEK para el flujo de MRG (H₂S).

Figura 46. Filtros de partículas usados en las líneas gas carrier

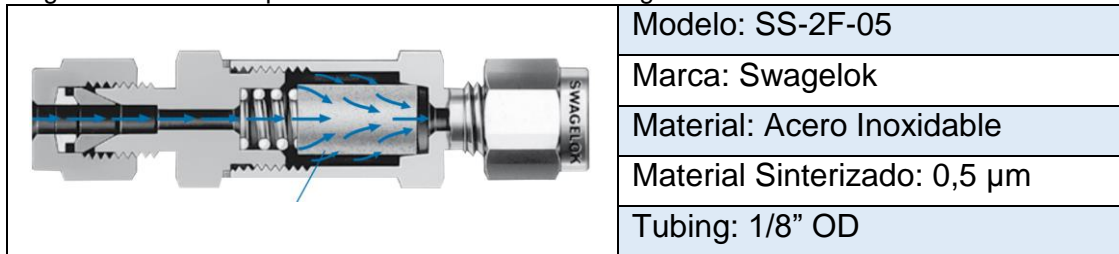


Figura 47. Filtro de partículas MRG



8. SISTEMA DE PURGADO Y LIMPIEZA DE LINEAS

En este capítulo se observará como está constituido el sistema de limpieza de las líneas del dispositivo antes y después de la puesta en marcha el equipo. El capítulo comienza con una definición básica de la importancia que tiene el uso de líneas internamente estériles en el uso de materiales reactivos como el H₂S, seguido de las especificaciones, es decir, los elementos constitutivos del sistema.

8.1 DEFINICIONES BÁSICAS

En los procesos de fabricación de semiconductores usados en la actualidad, requieren cada vez más estrictas purezas de los gases del proceso con el fin de minimizar los defectos que estos puedan tener dentro de un circuito debido a las impurezas que se pueda tener al ser fabricado a condiciones normales.

8.2 ANTECEDENTES

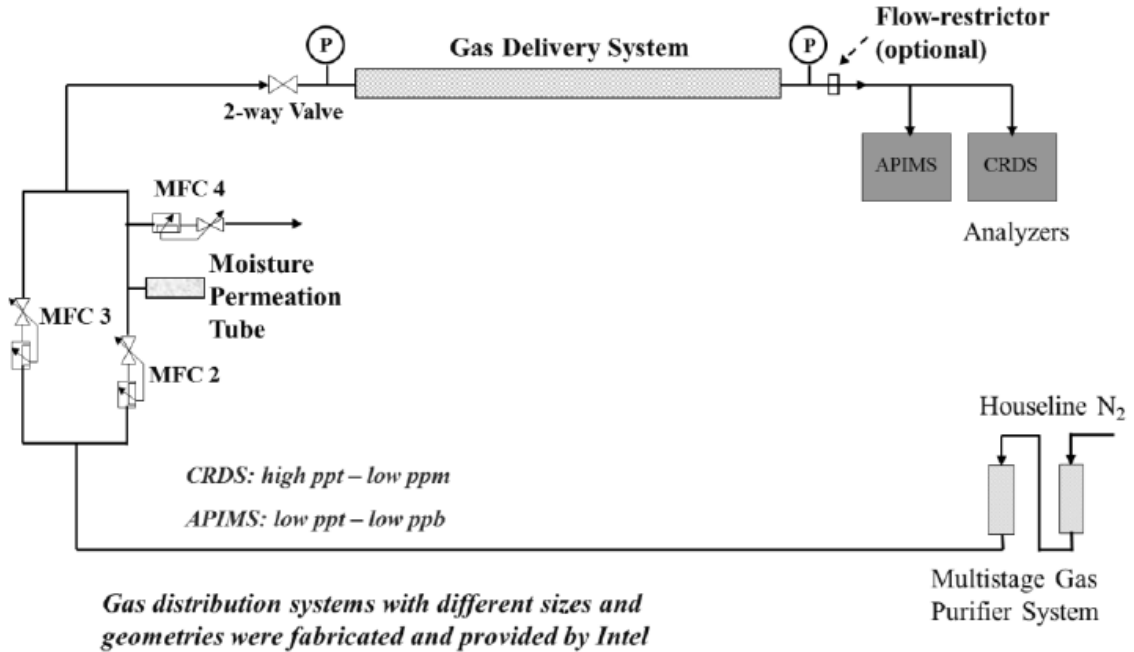
Dheandhanoo²⁴ basó su investigación del ciclo PCP para remover la humedad presente en sistemas UHP llegando a niveles de ppb; la investigación se basó en un experimento realizado mediante el montaje mostrado en la figura 45 que suministra Nitrógeno al cual se le inyecta una cantidad determinada de humedad por medio de tubos de permeación, la humedad es medida por medio de analizadores en línea (APIMS* y CRDS**) con capacidades de ppm, ppb y ppt. El sistema de transporte costa de acero inoxidable electropolishado

²⁴ DHEANDHANOO, Seskan, YANG James y WAGNER. Michael. Modeling the Characteristics of Gas System Dry-Down." *En: Solid State Technology*, 2001, vol 44, no 6, 6 p.

* Atmospheric Pressure Ionization Mass Spectrometer

**Cavity Ring-Down Spectroscopy

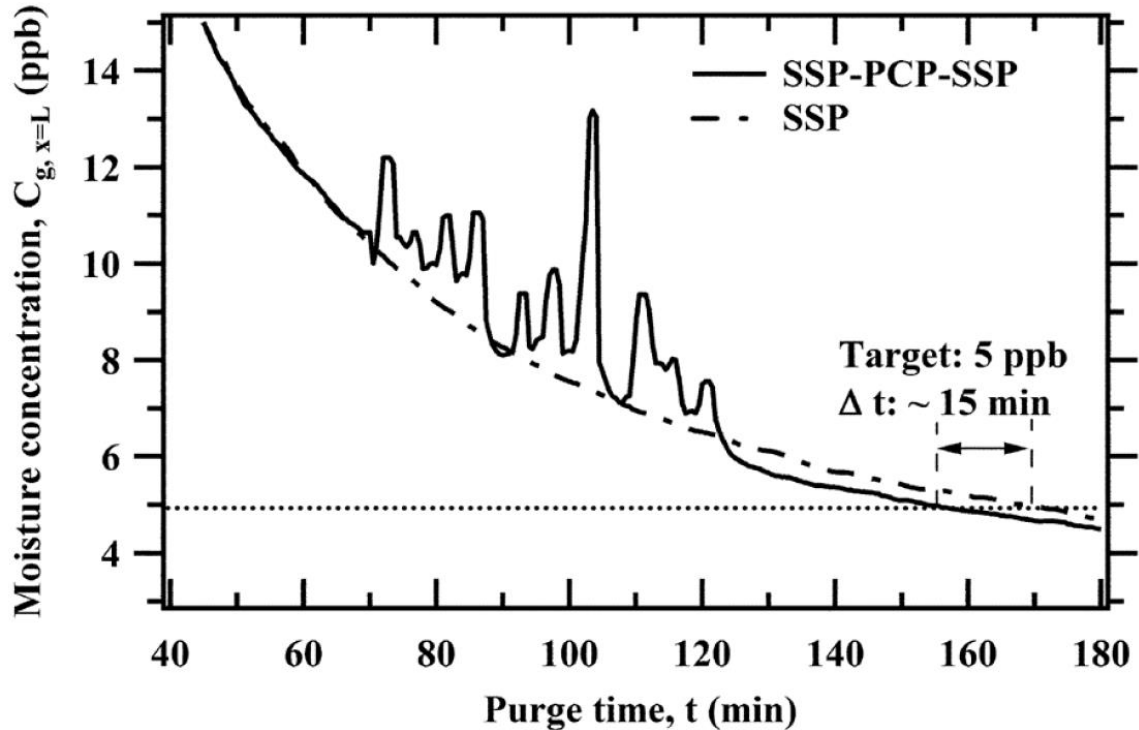
Figura 48. Montaje Experimento PCP Dheandhanoo



Fuente: DHEANDHAOO et al. 2001 "Modeling the Characteristics of Gas System Dry-Down"

El tubing bajo prueba está constituido de SS 316L electropolishado de 76 in de longitud y diámetro interno de 1.5 in con una presión de entrada de 92 psig y 32 psig a la salida. El procedimiento experimental consta de 2 etapas: 1) El llenado, en el cual se introduce la humedad al sistema siendo esta concentración la referencia como el punto de inicio de la prueba; 2) la purga, en la que se introduce el gas UHP seco al sistema tomando el tiempo de purgado en estado estable (SSP) de la prueba como referencia para el experimento. Después de obtener los lineamientos bases de la prueba como concentración y tiempo de purga, se repite el experimento utilizando el método PCP (*Purge Cycle Pressure*) presurizando y purgando la línea bajo prueba de manera consecutiva y con intervalos de tiempo determinados, a continuación se muestra una gráfica con el comportamiento de la concentración de humedad para los métodos SSP y PCP

Figura 49. Comportamiento de la concentración con los métodos PCP y SSP

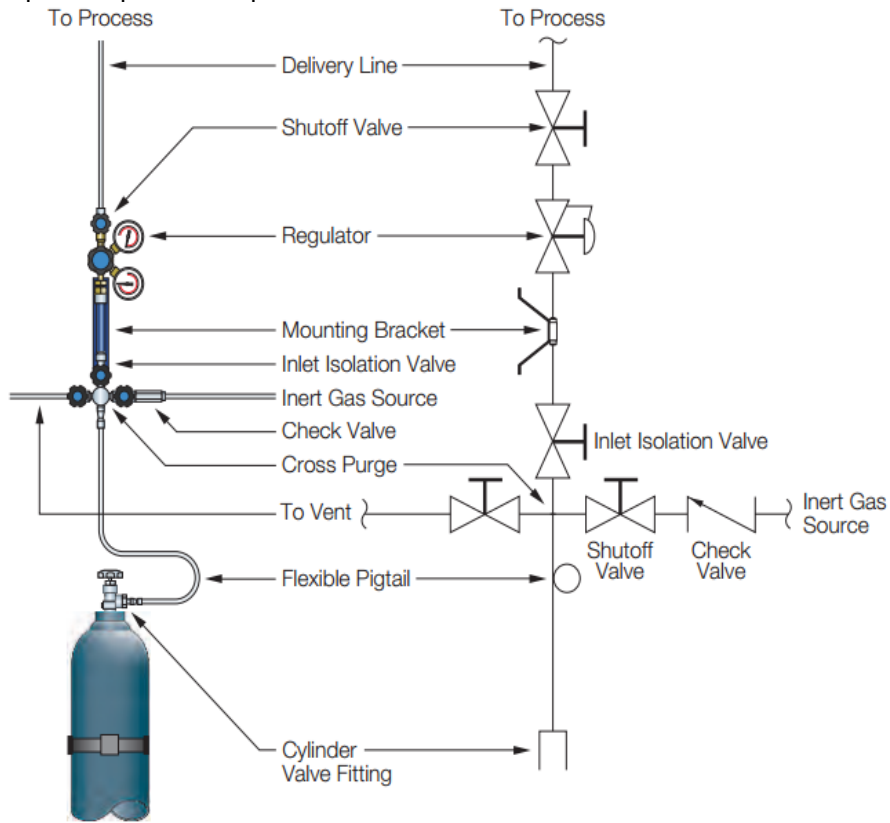


Fuente: DHEANDHAAO et al. 2001 "Modeling the Characteristics of Gas System Dry-Down"

La grafica mostrada en la figura 45 muestra la comparación de los métodos PCP y SSP a través de una línea de acero inoxidable pasivado con una concentración inicial de 340 ppb de humedad a 93 psi implementando PCP el ciclo repetitivo 10 veces presurizando y despresurizando entre 93 psi y 32 psi y terminando el ciclo al llegar a una concentración de 5 ppb. Se puede concluir que al usar el método PCP, se reduce 15 minutos el tiempo de purgado con respecto a una purga normal.

En este dispositivo se utilizó la técnica PCP que consiste en un ciclo de presurización y purgado repetitivo obteniendo así, en un menor tiempo la limpieza de la línea. En la Figura 50 muestra un montaje típico de una línea de suministro de gas UHP implementando PCP

Figura 50 Esquema típico de un proceso PCP²⁵



Fuente: YAO et al. 2010 Application of Pressure-Cycle Purge (PCP) in Dry-down Systems

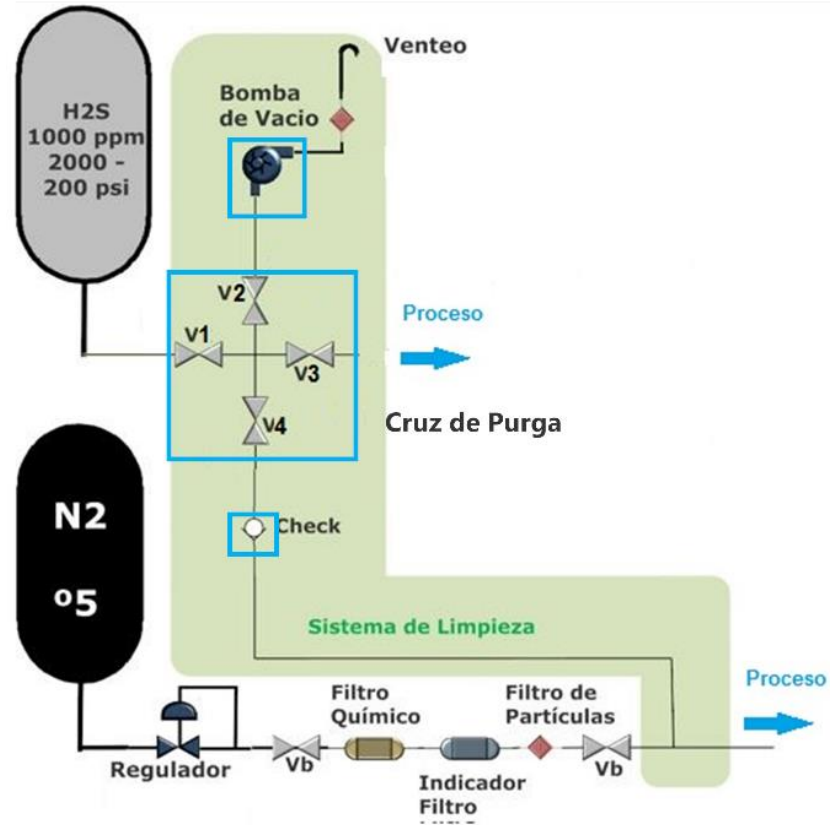
8.3 COMPONENTES DEL SISTEMA

Con el fin de limpiar las líneas de todo el sistema antes y después de poner en marcha el dispositivo, es necesario utilizar gas UHP que posee el equipo por esta razón, se debe derivar este gas de la línea principal a la línea principal de gas reactivo para arrastrar cualquier partícula o compuesto presente en la línea.

Se diseñó un sistema que permite presurizar, ventear a presión atmosférica y luego, generar una presión negativa en las líneas por medio de una bomba de vacío y así optimizar el proceso PCP. En la Figura 51 se muestra el sistema de limpieza y sus principales componentes.

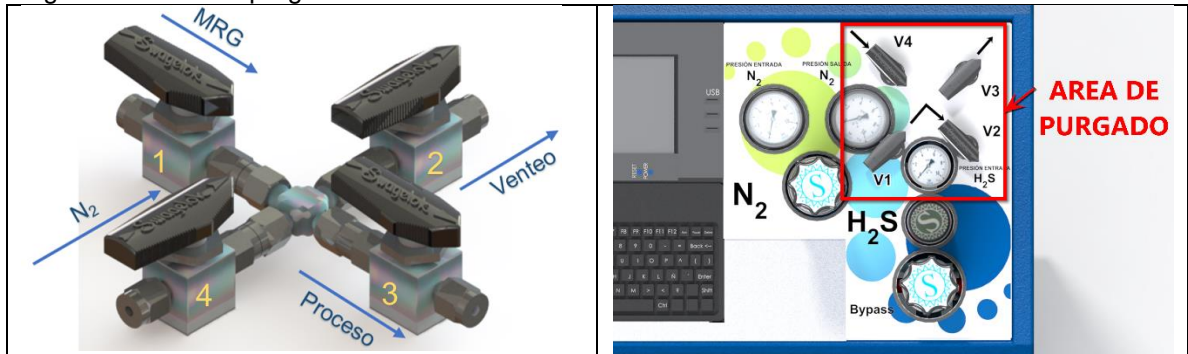
²⁵ YAO, Junpin. et al. Application of Pressure-Cycle Purge (PCP) in Dry-down of Ultra-High-Purity Gas Distribution Systems. *En: Chemical Engineering Science.*, vol 65, no 17, p. 41-57, doi:10.1016/j.ces.2010.06.002.

Figura 51. Sistema de limpieza del dispositivo



8.3.1 Cruz de purga. Las válvulas y la cruz que componen la purga cruzada del sistema de limpieza (figura 48) son válvulas de bola con recubrimiento Sulfinert® debido a que se encuentran a alta presión y en contacto con el gas reactivo

Figura 52. Cruz de purga con válvulas de Bola Sulfinert 1/8"



8.3.2 Válvula check. Esta válvula check está construida en PEEK y ETFE para evitar fenómenos adsorptivos con el gas en contacto; se instala por seguridad en la línea de entrada de Nitrógeno, para garantizar que no exista un flujo de MRG hacia la línea de nitrógeno, causando inconvenientes operativos del equipo con la infiltración de MRG con el gas puro.

Figura 53. Válvula check



Fuente: IDEX Health & Science, Disponible en: <https://www.idex-hs.com/>

8.3.3 Bomba de vacío

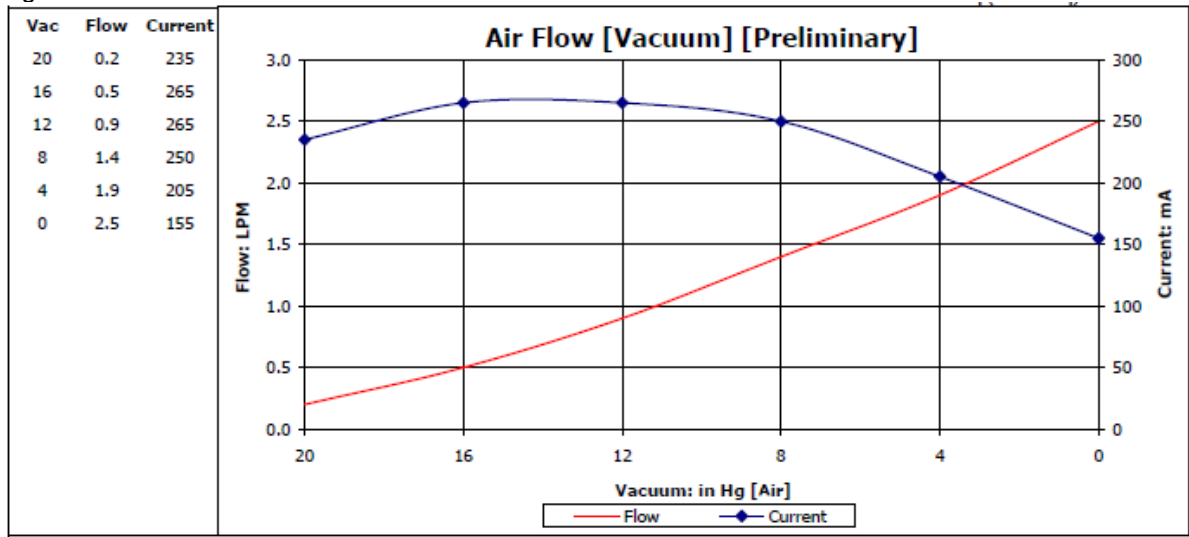
Figura 54. Bomba de vacío



Fuente : Parker inc: disponible en: <http://www.hargravesfluidics.com/>

Está instalada en la línea de venteo del sistema de limpieza con el objetivo de generar una corriente negativa extrayendo cualquier material adherido a las paredes de la tubería (Figura 54). El fabricante provee una caracterización de la presión, corriente y caudal los cuales pueden apreciarse en la Figura 55.

Figura 55 Caracterización de bomba de vacío Parker®



Fuente: Parker inc: disponible en: <http://www.hargravesfluidics.com/>

8.3.4 Secuencia de limpieza Proceso PCP. Para ejecutar el proceso PCP de manera correcta debe existir una secuencia de apertura y cierre de válvulas en un número mínimo de 3 oportunidades antes y después de poner en marcha el dispositivo.

- a. **Presurización:** con las válvulas 1 y 2 cerradas y la válvula 3 y 4 abiertas entrará el N_2 a todo el sistema, presurizando las líneas.
- b. **Venteo:** Cierre la válvula 4 dejando abierta la válvula 3 y a continuación abra la válvula 2; de esta manera se venteará el gas al ambiente a presión atmosférica.
- c. **Vacío:** Manteniendo las válvulas en las posiciones anteriores se encenderá la bomba de vacío y así generar una presión negativa en el sistema.
- d. Regrese al paso a y repita la secuencia mínimo en tres ocasiones.

9. REGULACIÓN DE PRESION

En este capítulo se presenta una descripción detallada de selección de los elementos que componen este sistema para cumplir con los requerimientos descritos al comienzo del presente documento como: presiones de entrada y suministro, gas a trasportar y condiciones de caudal.

9.1 REQUERIMIENTOS DE PRESION

El sistema de suministro principalmente requiere controlar la presión de todas las líneas de tubería para de esta manera controlar el caudal entregado. Como se mencionó al inicio del presente documento los requerimientos operativos del sistema de suministro, se requiere regular la presión en los cilindros desde un intervalo comprendido de **2000 psig a 200 psig** hasta la presión en las líneas de tubería entre **110psia – 40 psia** con una estabilidad mejor del **1 %**.

9.2 ALTERNATIVAS DE REGULACIÓN

Para cumplir con los requerimientos establecidos se dispone en el mercado de una variedad de dispositivos electrónicos y mecánicos hechos en diferentes materiales.

9.2.1 Reguladores de Presión Mecánicos. Estos se basan en el principio de equilibrio de las fuerzas que actúan en las válvulas cónicas, que son la presión del resorte de cierre y del recipiente a una presión determinada, por un lado, y la presión del resorte de ajuste y la presión de salida, por otro. Mediante el tornillo de ajuste se regula la presión del resorte y, con ello, la presión de salida deseada. El diafragma aísla herméticamente el compartimiento que contiene el gas de la atmósfera el cual se deforma permitiendo la apertura y cierre del actuador en el asiento.

	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Ventajas</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>- Estabilidad a pesar de cambios de temperatura</td> </tr> <tr> <td>- Robustez en sus componentes internos</td> </tr> <tr> <td>- Gran variedad de materiales de fabricación</td> </tr> <tr> <td>- Facilidad de mantenimiento</td> </tr> <tr> <td>- Facilidad de operación</td> </tr> </tbody> </table>	Ventajas	- Estabilidad a pesar de cambios de temperatura	- Robustez en sus componentes internos	- Gran variedad de materiales de fabricación	- Facilidad de mantenimiento	- Facilidad de operación	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Desventajas</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>- Operación manual</td> </tr> <tr> <td>- Inestabilidad de presión a bajos caudales</td> </tr> <tr> <td>- Volúmenes atrapados</td> </tr> </tbody> </table>	Desventajas	- Operación manual	- Inestabilidad de presión a bajos caudales	- Volúmenes atrapados
Ventajas												
- Estabilidad a pesar de cambios de temperatura												
- Robustez en sus componentes internos												
- Gran variedad de materiales de fabricación												
- Facilidad de mantenimiento												
- Facilidad de operación												
Desventajas												
- Operación manual												
- Inestabilidad de presión a bajos caudales												
- Volúmenes atrapados												

9.2.2 Reguladores de Presión Electromecánicos. Estos dispositivos instalados en línea censan la presión aguas arriba o aguas abajo y convierten este valor de corriente y/o voltaje según corresponda, en un movimiento mecánico de un obturador el cual cumple la tarea de restringir el caudal que pasa a través del dispositivo. Usualmente estos equipos vienen contruidos en materiales altamente compatibles a algunos gases reactivos, generando una gran versatilidad en la cantidad de usos que puede dársele a este tipo de elementos.



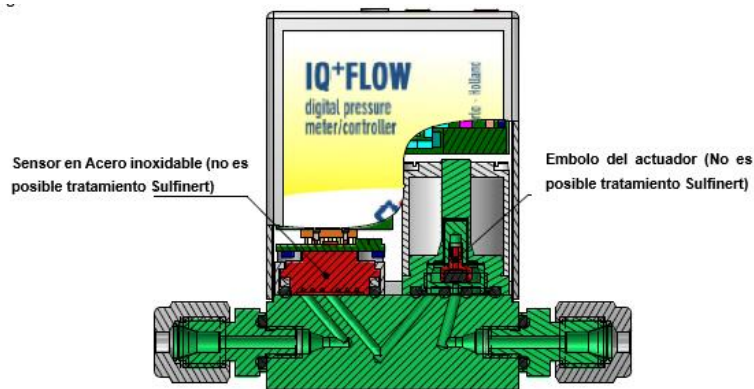
Ventajas	Desventajas
- Tiempos de respuesta rápidos	- Necesidad de software para operar
- Alta precisión en la lectura	- Costo elevado
- Estabilidad de presión a bajos caudales	- Mantenimiento realizado por expertos
- Facilidad de operación	
- Bajos volúmenes muertos	

9.2.3 Criterio de Selección de los Componentes de Regulación. El criterio más importante para la selección de los componentes del sistema se basó primero en los materiales de construcción, ya que estará en contacto con gases reactivos como el H₂S y el SO₂, es imprescindible que los materiales sean compatibles con el gas y a partir de allí, determinar las demás propiedades físicas y de rendimiento del elemento. La tabla 15 muestra un paralelo de los materiales que componen los reguladores de presión Mecánicos y electromecánicos

Tabla 15. Comparación de reguladores mecánicos y electromecánicos

Componente interno	Controladores	Reguladores Mecánicos
Diafragma	No Aplica	Acero Inoxidable Sulfinert®
Asiento	Acero Inoxidable Sulfinert®	PTFE
Sello	KELF	PTFE
Piezas Húmedas	Acero Inoxidable Sulfinert®	Acero Inoxidable Sulfinert®
Volumen Interno	Menos de 5 cm ³	Menos de 10 cm ³
Sensor	Acero Inoxidable (no pasivado)	No Aplica
Actuador	KELF 81	No Aplica

Figura 56. Materiales de un controlador electrónico



Donde los materiales resaltados muestran incompatibilidad con gases reactivos (Figura 56) los cuales a largo plazo pueden ocasionar daños en el dispositivo y costos innecesarios. Se eligen entonces reguladores mecánicos como elementos de regulación de presión del sistema de suministro.

9.3 ESQUEMA DE REGULACIÓN

Con el tipo de regulación de presión que se utilizara en este subsistema, se tienen en cuenta los siguientes parámetros para realizar la selección adecuada de los reguladores tanto para la línea de MRG como la línea de gas UHP.

Presión de entrada. Máxima presión en los (2000 psig)

Rango de temperatura de operación. El equipo operará a temperatura ambiente en el laboratorio ($20^{\circ}\pm 2$)

Coefficiente de Flujo. Factor de diseño que relaciona la diferencia de presión (ΔP) entre la entrada y salida de la válvula con el caudal (Q) en otras palabras es la unidad de diferencia de caudal determinada para una unidad de caída de presión. Está determinada por la siguiente ecuación para gases.

$$C_v = \frac{Q_G}{519} \sqrt{\frac{T_i}{\rho_G \Delta P P_2}}$$

Donde:

Q_G = Caudal de Gas

ΔP = Caída de Presión en la Valvula

P_2 = Presión de Salida

ρ_G = Densidad del Gas @ 0°C y 1013 mbar

Tipos de Conexión Entrada y Salida. Por el bajo volumen muerto requerido, las más recomendadas son las conexiones 1/4" y 1/8" NPT (National Piping Thread).

Tipo de Conexión a Cilindro CGA (Compressed Gas Association). Corresponde a la válvula del cilindro y el tipo de conexión característico de cada una de ellas. El dispositivo tendrá: CGA330 y CGA 580 para el H_2S y el N_2 respectivamente.

9.3.1 Regulación Línea N₂. Para regular la presión en esta línea, es necesario tener en cuenta que los materiales en contacto deben tener propiedades UHP (Ultra High Purity) acordes con el tipo de gas a transportar, por esta razón se seleccionó un regulador que cumple con estas características y un fabricante especializado en el transporte de gases UHP siguiendo los parámetros anteriormente descritos.

Figura 57 Selección de Regulador para N₂

Model 213, 215 Stainless Steel	Delivery Pressure Range		Delivery Pressure Gauge (dual scale)		Cylinder Pressure Gauge (dual scale)	
	psig	bar	psig	bar	psig	bar
Single-Stage						
Q1-213A- (*)	1 – 30	0.1 – 2	30" Vac – 0 – 60	-1 – 0 – 4	0 – 4000**	0 – 276
Q1-213B- (*)	2 – 75	0.1 – 5	30" Vac – 0 – 100	-1 – 0 – 7	0 – 4000**	0 – 276
Q1-213C- (*)	5 – 150	0.3 – 10	30" Vac – 0 – 200	-1 – 0 – 14	0 – 4000	0 – 276
Q1-213D- (*)	7 – 300	0.5 – 21	0 – 400	0 – 28	0 – 4000	0 – 276
Q1-213E- (*)	10 – 500	0.7 – 35	0 – 600	0 – 41	0 – 4000	0 – 276
Two-Stage						
Q1-215A- (*)	1 – 30	0.1 – 2	30" Vac – 0 – 60	-1 – 0 – 4	0 – 4000	0 – 276
Q1-215B- (*)	2 – 75	0.1 – 5	30" Vac – 0 – 100	-1 – 0 – 7	0 – 4000	0 – 276
Q1-215C- (*)	5 – 150	0.3 – 10	30" Vac – 0 – 200	-1 – 0 – 14	0 – 4000	0 – 276
Q1-215D- (*)	7 – 300	0.5 – 21	0 – 400	0 – 28	0 – 4000	0 – 276
Q1-215E- (*)	10 – 500	0.7 – 35	0 – 600	0 – 41	0 – 4000	0 – 276

Fuente: Air Liquide ALPHAGAZ™ Pures, SCOTT™ Mixtures and Equipment | 2009 Edition

9.3.2 Regulación Línea H₂S. Como se ha mencionado a lo largo del presente trabajo, para este tipo de gas uno de los principales parámetros de selección de cualquier elemento en contacto con el gas es el material de construcción y se definió el acero inoxidable con tratamiento Sulfinert como el material óptimo para el transporte de los gases.

Teniendo en cuenta que el requerimiento de caudal puede llegar a ser del orden de 500 µL/min, surge la necesidad de crear un flujo en *bypass* en la línea principal de manera que se incremente el caudal evitando cambios abruptos de presión por apertura y cierre permanente del asiento del regulador. Este efecto puede presentarse debido a la corta distancia entre el asiento y el obturador a estas condiciones de caudal (ver Figura 58a). Al provocar esa fuga, el caudal en la línea

principal se incrementa, garantizando una apertura parcial del regulador y una mayor estabilidad de presión en la línea principal (ver Figura 58b).

Figura 58. Apertura de regulador con flujo en Bypass (a) y flujo directo (b)

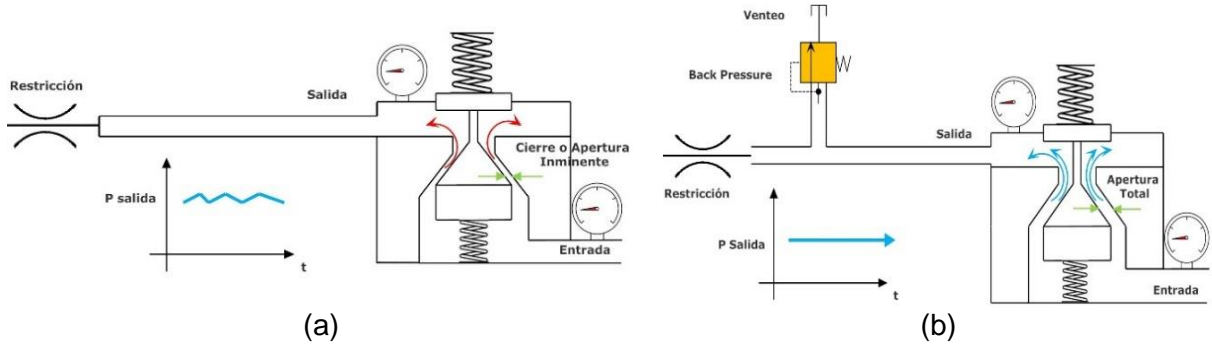
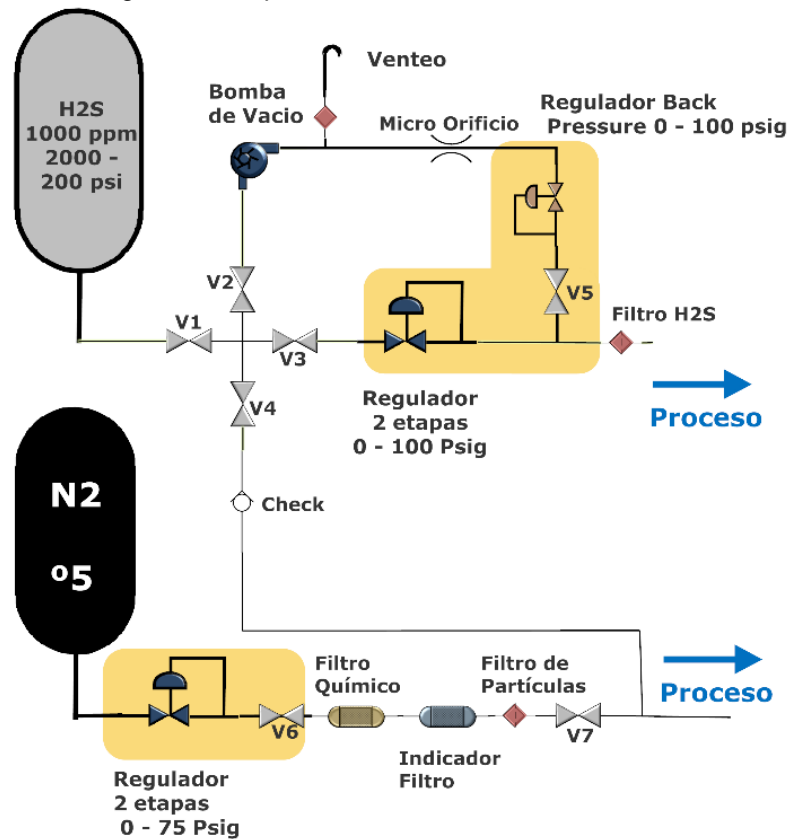


Figura 59. Esquema de regulación de presión del sistema de suministro






Con en el tipo y el esquema de regulación bajo los criterios mencionados, Figura 59 muestra la configuración del sistema y los intervalos de presión que deben

tener los elementos que la componen para cumplir con los requerimientos establecidos.

9.3.3 Elementos seleccionados.

Tabla 16. Características principales de los elementos del esquema de regulación de presión

	GAS	Materiales	P in [psig]	P out [psig]	Conexión
	H₂S	Partes Húmedas: Sulfinert® Diafragma: Sulfinert® Sello: PTFE Asiento: PTFE Bourdon: EPS	3000	100	1/4", 1/8" NPT Hembra
	N₂	Partes Húmedas: EPS Diafragma: EPS Sello: PTFE Asiento: PTFE Bourdon: EPS	3000	100	1/4 " NPT Hembra
	H₂S	Partes Húmedas: Sulfinert® Sello: PTFE Asiento: PTFE	100	15	1/4" NPT Hembra

Fuente: ASGE (Advanced Specialty Gas Equipment)

Teniendo en cuenta el tipo y configuración, se instalaron reguladores de presión de asiento de dos etapas aguas abajo y un regulador *back pressure* aguas arriba, para generar el flujo *bypass* con presión en la línea de venteo regulada y así mantener el caudal en la línea sin picos de presión. La tabla 16 presenta los reguladores de presión seleccionados y las características principales para la línea de gas *carrier* y para la línea de MRG.

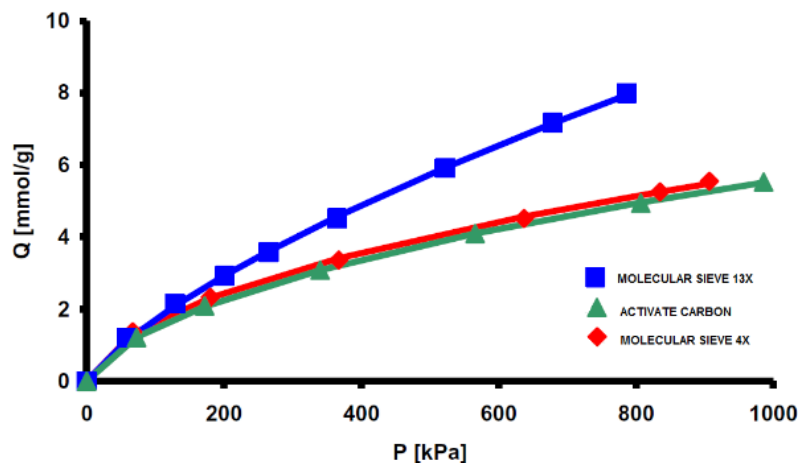
10. CONTROL DE EMISIONES

Este capítulo enfocará la atención en el sistema de control de emisiones, teniendo en cuenta la naturaleza de los gases reactivos con los cuales el dispositivo puede operar, es inconveniente tanto para el operador como para el ambiente que los gases emitidos desde los venteos y flujos en *Bypass* tengan una concentración que pueda ser perjudicial. Dicho esto, surge la necesidad de controlar la concentración de los flujos de gas en estos puntos

10.1 TIPO DE ELEMENTO FILTRANTE

Los gases contaminantes presentes tanto en el aire ambiente como en el GN pueden ser perjudiciales para la salud, en la industria existe gran variedad de elementos filtrantes que pueden retener estos contaminantes como el *13x Molecular Sieve*, *4A Molecular Sieve* y el carbón activado según un estudio realizado por Tagliabue *et al.*²⁶ Con base en lo anterior, se realizó la selección de filtros con la capacidad de remover dichos contaminantes.

Figura 60. Rango de adsorción de los 3 elementos filtrantes probados con H₂S a 1000 ppm



Fuente: Tagliabue *et al.* 2012

²⁶ TAGLIABUE, Marco. High Pressure Hydrogen Sulphide Adsorption on Silica-Aluminas, Chemical Engineering Journal, 2012, vol. 210, p. 398-403.

10.1.1 Sieve 13X. Es un desecante poroso que tiene un tamaño de rugosidad aproximado de 10 A. es el considerable más grande de las aberturas presentes en el mercado de este tipo. Utilizado principalmente para refinamientos de gases y líquidos ya que ofrece la adsorción de bi-moléculas y tri-moléculas. Está compuesto de:

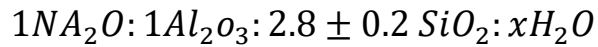


Figura 61. Apariencia del Sieve 13X



Fuente: Tagliabue et al.2012

10.2 SELECCIÓN DEL FILTRO

Para la selección del filtro del sistema de control de emisiones se tuvieron en cuenta el caudal estimado, presión de operación, la caída de presión, volumen del filtro la rugosidad de elemento filtrante y la cantidad de elementos que esta pueda adsorber, a continuación se muestran los datos brindados por el fabricante:



Tipo de conexión	1/4 " NPT Male
Presión de Operación	100 psig
Volumen	10 cm ³
Caudal Máximo	20 Lpm
Caída de Presión	1.5 psig
Adsorbente	Molecular Sieve 13X
Elementos Retirados	CO ₂ , NH ₃ , H ₂ S, SO _x ,

Figura 62. Filtro de adsorción en el equipo



11. ADQUISICION Y MUESTREO DE DATOS

En la adquisición y muestreo de datos es importante resaltar la sensórica utilizada para medir presión y temperatura en los puntos más relevantes del dispositivo y luego el tratamiento respectivo de la señal para convertirla en una lectura digital y así mostrar los respectivos valores en una interfaz.

11.1 SENSÓRICA

El sistema de suministro, aparte de poseer mecánicos tipo Bourdon presentes en los reguladores, posee también transductores de presión electrónicos para medir la presión de suministro de los fluidos, también posee cuatro sensores de temperatura los cuales pueden ubicarse en puntos más relevantes.

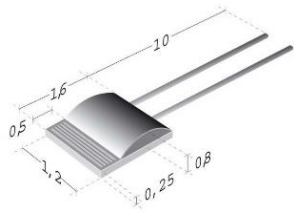
11.1.1 Transductores de presión. El sistema de suministro, registra la presión por medio de transductores de presión electrónicos los cuales convierten la presión censada en una señal de corriente. A continuación las características principales:



Marca	Setra
Modelo	ASM1-002B-A-1F-11-B3-B-00
Precisión	$\pm 0,1 \% \text{ Read}$
Rango de presión	145 psi
Tipo	Absoluto
Tipo de conexión	1 / 8 NPT hembra
Tipo de salida	4 20 mA

La selección del transductor se basó principalmente en la precisión, los materiales de construcción, Rango de operación y tipo de salida. En el anexo # se encuentran los certificados de calibración de los dispositivos usados.

11.1.2 Sensores de temperatura. Este sistema, cuenta con micro RTD (*Resistance Temperature Device*) de tipo PT100 con características especiales para microfluidos, ya que sus dimensiones son relativamente menores que las RTD convencionalmente usadas en la industria. A continuación se presentan las características principales.



Resistencia Nominal	100 Ohm a 0°C
Rango de Temperatura	-200 °C – 600 °C
Tiempo de Respuesta	Agua=0,8s Aire= 1,2s
Precisión	0,15 °C

11.2 ADQUISICION DE DATOS

Como puede observarse anteriormente, los tipos de salida de los sensores son de diferente naturaleza (Ohm para las RTD y mA para los transductores). Por esta razón surge la necesidad de tratar ambas señales unificándolas en un solo tipo de señal digital para de esta manera poder tratarla por medio de un microprocesador que permita el análisis y muestreo de los datos obtenidos. La Figura 63 muestra con detalle los principales componentes de este sistema.

Figura 63 Sistema de adquisición y monitoreo de datos



11.2.1 Transmisor de Temperatura. Con el objetivo de unificar el tipo de señal y así poder convertirlo a una forma digital se instaló un transmisor con la capacidad de convertir la señal de resistencia proveniente de las RTD (ohm) a una señal de corriente (mA). A continuación se muestran las características del transmisor seleccionado.



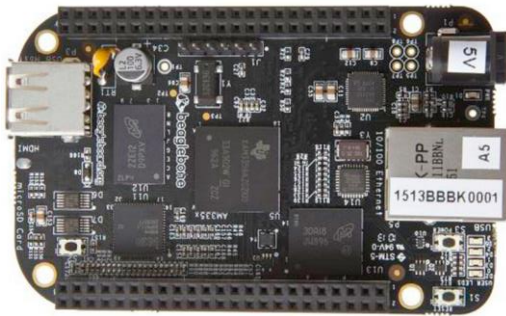
Modelo	Q510
Nº de Canales	4
Alimentación	10 35 VDC
Rango de entrada	0 – 100 °C
Rango de Salida	4 – 20 mA
Precisión de salida	≤ 0,1 % Full Escala
Estabilidad	≤ 0,025% / °C
Tiempo de Respuesta	50 ms

11.2.2 Conversor Análogo / Digital. En la sensorica se han definido los tipos de salida para los elementos usados para medir presión y temperatura, surgió la necesidad de monitorear y almacenar las tres señales provenientes de los transductores de presión y las 4 señales de temperatura provenientes del transmisor en tiempo real, para ello, el dispositivo posee un sistema que realiza la conversión de estas salidas analógicas de corriente por medio de un módulo de adquisición convirtiéndolas a digitales tipo MODBUS TCP. Este módulo de adquisición tiene las siguientes características.



Marca	SUNYUAN
Entrada	4-20 mA / 0 – 10 Volts
Salida	RS232 o RS485
Puertos de comunicación	RS232 o RS485
Nº de Canales	8 Canales
Precisión	0,05 %
Tiempo de respuesta	100 msec

11.2.3 Procesador de Datos. La señal tipo MODBUS TCP proveniente de la tarjeta de adquisición de datos por medio de los siete canales es procesada por medio de una pequeña placa computadora de hardware libre llamada BeagleBone Black la cual almacena procesa y muestrea los datos provenientes del módulo de adquisición de datos. La BeagleBone Black posee las siguientes características principales:



Marca	Texas Instruments
Procesador	1GHz
Alimentación	5V dc
Memoria	4 GB
Ethernet	On chip 10/100
Puertos	USB; HDMI

11.2.4 Muestreo de Datos. Los datos procesados, se muestran por medio de una pantalla LCD de 7" con una resolución de 800 x 480 compatible con BeagleBone y muestra en tiempo real los datos que se están obteniendo en el proceso por medio de gráficas y valores por con una amigable interfaz con el usuario. La Figura 64 hace referencia a la pantalla mencionada.

Figura 64 Pantalla LCD



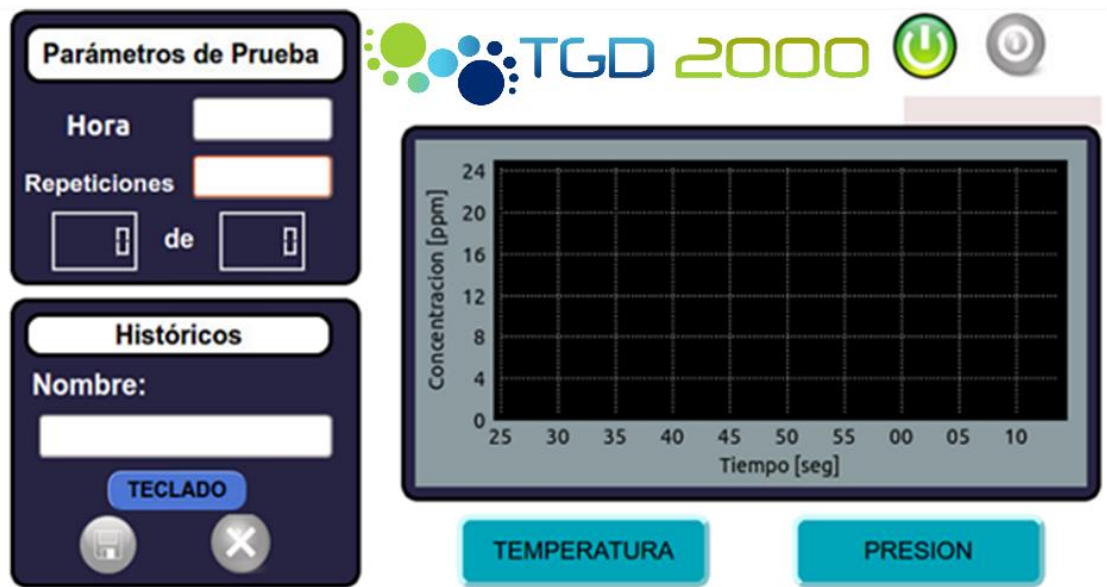
Figura 65 Ubicación del sistema de adquisición de datos



11.3 INTERFAZ HOMBRE MAQUINA

HMI, por sus siglas en inglés, muestra en tiempo real los datos obtenidos durante la calibración como: Temperatura, presión y concentración paralelamente de las señales obtenidas, Esta interfaz tiene las siguientes características Figura 66.

Figura 66 Aspecto de la HMI

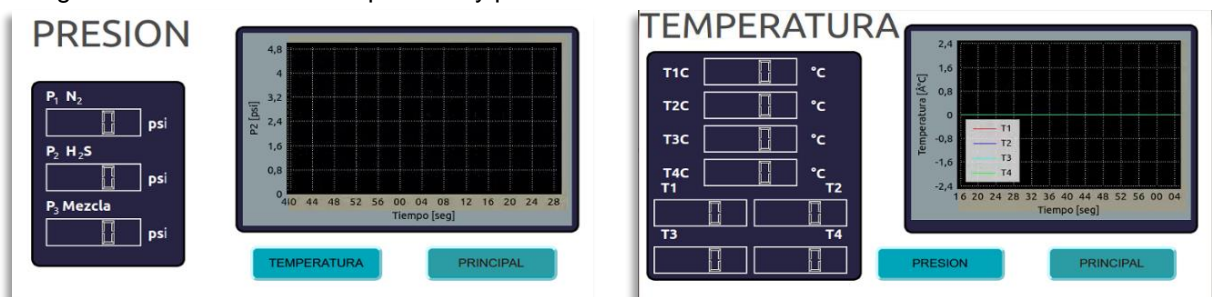


11.3.1 Fecha y Hora de Calibración. Antes de empezar a operar el equipo es importante introducir la fecha y hora de la calibración, para que el procesador pueda guardar el tren de datos segundo a segundo con una referencia en el tiempo y así brindar el seguimiento adecuado.

11.3.2 Archivo Histórico. Posterior a introducir una fecha e iniciar el código, es importante que el usuario ingrese el nombre del archivo que el procesador guardará como un histórico acompañado de las repeticiones requeridas de toma de datos (una repetición equivale a un segundo), este archivo se genera como un archivo de texto (.txt) lo que brinda una gran versatilidad a la hora de procesar estos datos con programas básicos como Excel, OpenOffice, Lotus Symphony entre otros.

11.3.3 Gráficas en Tiempo Real. La interfaz tiene la característica de mostrar las gráficas en tiempo real de las variables del proceso como temperatura, presión y concentración, cada una en un módulo separado, así el operador pueda dar seguimiento al comportamiento de las variables tanto en valores instantáneos o la evolución de ellos con el transcurso de operación Figura 67.

Figura 67. Interfaces de temperatura y presión

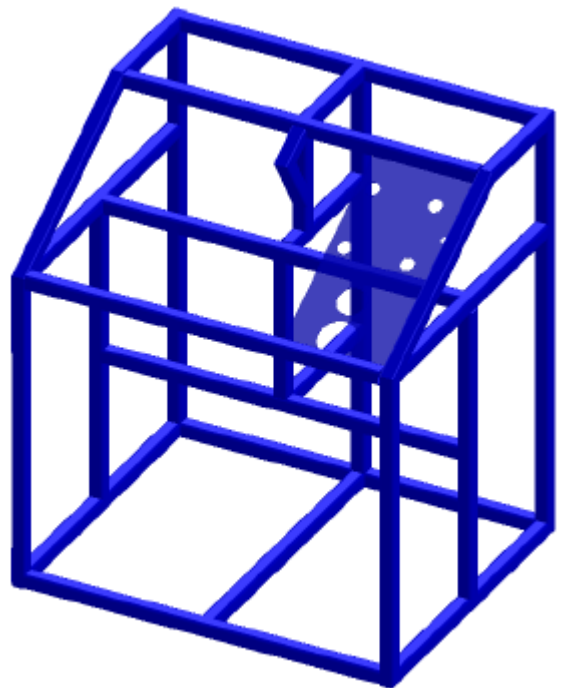


12. ESTRUCTURA

En este capítulo, se realizará un análisis estático del bastidor utilizado para soportar todos los elementos que componen el dispositivo, y de esta manera realizar la selección de la perfilería más adecuada con la cual construir dicho bastidor.

Debido a que el dispositivo no posee partes móviles ni elementos que puedan vibrar, las cargas a las cuales se verá sometida son las correspondientes únicamente al peso de los elementos que la componen como lo son el cilindro de, el cilindro de MRG (peso del cilindro) y por último las vigas que soportan los reguladores, filtros y componentes electrónicos

Figura 68. Aspecto básico de la estructura utilizada



13. PUESTA EN MARCHA

En este capítulo, se describe en detalle la operación del equipo de manera adecuada teniendo en cuenta los requerimientos de seguridad necesarios para el operador y las condiciones del entorno a las que debe encontrarse.

13.1 CONDICIONES DEL RECINTO

13.1.1 Requerimientos de Temperatura. Con el objetivo de garantizar la correcta operación del equipo es necesario que se encuentre en un recinto el cual mantenga condiciones ambientales controladas, las recomendaciones son las siguientes:

- Variaciones de temperatura menores de 1°C por cada hora de operación.
- Las condiciones ambientales del cuarto cercanas a 20°C \pm 4°C.
- Todas las medidas y equipos necesarios en la ficha de seguridad de H₂S



ADVERTENCIA: Las variaciones en temperatura aquí enunciadas son una recomendación y no una exigencia para la operación del equipo. Debido a que las temperaturas son medidas durante el proceso, tales variaciones se verán reflejadas en la repetibilidad y reproducibilidad de los resultados. Dichas variaciones influirán en los valores de incertidumbre estimados.

13.1.2 Fuentes Eléctricas de Alimentación. Para la correcta operación del equipo, el recinto de calibración debe contar con facilidad de conexión eléctrica a una línea de 110 VAC con su respectiva conexión a tierra (garantizando la seguridad del operario y el equipo)



ADVERTENCIA: El conectar el equipo a líneas de alimentación eléctrica que no cumplan con las condiciones descritas puede generar graves daños en alguno de sus componentes y en la integridad física de operarios.

13.1.3 Zona de Ventilación. Asegúrese que el recinto donde se pondrá a operar el equipo cuente con una ventilación de aire al ambiente o en su defecto, tenga la posibilidad de conectar una línea al exterior.



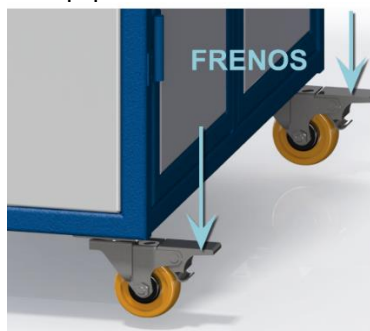
ADVERTENCIA: Es importante que el operario tenga en cuenta que el H₂S es un gas altamente venenoso y puede producir inconvenientes de salud a prolongados tiempos de exposición para ello es importante que tenga a la mano la máscara de seguridad antes de poner en marcha el equipo.

13.2 PREPARACION DEL EQUIPO

En este numeral se describen los lineamientos básicos tanto como el suministro eléctrico como el neumático (gases de calibración) y también las actividades de verificación de los elementos necesarios para la correcta operación del dispositivo. Se recomienda seguir rigurosamente cada una de las indicaciones aquí mencionadas

a- Verifique que el equipo se encuentre apoyado sobre una superficie plana y sobre los soportes, adicionalmente, fije el equipo utilizando los frenos de seguridad (Figura 69).

Figura 69. Posición de los frenos del equipo



b- Asegúrese que el estabilizador del equipo se encuentre apagado, y a continuación conecte dicho estabilizador a la fuente de 110 VAC

c- Verifique que las válvulas de cruz de purga se encuentren cerradas (V1, V2, V3, V4).

Figura 70. Posición correcta de las válvulas de purgado



- d- Realice la conexión de la tubería de venteo a una zona preferiblemente al aire libre para evitar accidentes debido a posibles inhalaciones de gas.

Figura 71. Conexión del venteo con la atmósfera



- e- Conecte el MUT al conector de salida del equipo (Figura 64).

Figura 72. Conexión del MUT



ADVERTENCIA: Asegúrese que las conexiones se realicen de manera adecuada tanto en el equipo como el MUT para evitar fugas y posibles inconvenientes del operador por inhalaciones de H₂S.

- f- En la LCD observará la pantalla mostrada en la Figura 73, por medio del teclado, introduzca los siguientes datos en el orden que se indica:

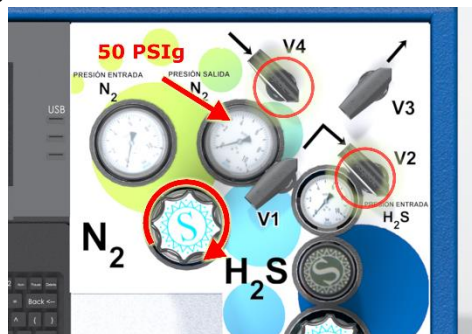
Figura 73. Ingreso al software del dispositivo

```
The Angstrom Distribution beaglebone tty1
Angstrom u2013.06 - Kernel 3.8.13

beaglebone login: root
Last login: Sat Jan 1 00:22:20 UTC 2000 on tty1
root@beaglebone:~# date --set='19 feb 2016 '
Fri Feb 19 00:00:00 UTC 2016
root@beaglebone:~# ./h2s -qws
```

- i. Beagle Bone Login: **ROOT** (Enter)
 - ii. Root@beaglebone: **date --set='Fecha y hora en ese orden'** (Enter)
 - iii. Root@beaglebone: **./h2s -qws** (Enter)
- g- Abra las válvulas de protección de los filtros figura 66a.
- h- Con las válvulas del panel principal se encuentren cerradas, abra las válvulas de los 2 cilindros en sentido de las manecillas del reloj (Figura 66b).
- i- En el panel principal, abra válvulas V4 y V2 en ese orden, luego, abra el regulador de N₂ por medio de la perilla girándola a favor de las manecillas del reloj lentamente hasta llegar a una indicación de presión 50 Psig (Figura 74).

Figura 74. Llenado con Nitrógeno



- j- Realice apertura total del regulador de H₂S girándolo a favor de las manecillas del reloj luego, cierre la válvula V2 y abra la V3 para ventear gas a la atmósfera.
- k- Cierre todas las válvulas y repita el procedimiento de I – J en 2 ocasiones.
- l- En la pantalla principal (Figura 75), digite histórico de calibración, seguido del número de repeticiones de la prueba, (una repetición equivale a 1 segundo).

Figura 75 Ubicación de históricos en la Interfaz



14. PRUEBAS

En este capítulo se abordarán las pruebas realizadas al sistema evidenciando el desempeño metrológico y cumpliendo con los requisitos establecidos del diseño inicial. Se verificará la estabilidad de presión y caudal del equipo comparando los datos obtenidos en el dispositivo con los datos generados por medio de un patrón primario tipo pistón del laboratorio del CDT de Gas conectados en serie con el equipo como se muestra en la Figura 76.

14.1 PRESIÓN

Para monitorear la presión del equipo cuando se encuentra en operación, se manejaron posibles configuraciones del rango de trabajo y se observó la variación de la presión dentro de archivo histórico con un número de repeticiones establecido en 200 para cada una de las presiones de operación.

14.1.1 Calculo de la Estabilidad. La estabilidad de la presión de una cantidad de datos determinada se toma como el porcentaje que representa el rango de desviación entre el valor máximo y el mínimo de los datos con respecto al cálculo del promedio de los mismos, en otras palabras:

$$\frac{\text{Valor M\u00ednimo} - \text{Valor m\u00e1ximo} * 100}{\left[\sum_{i=1}^n P_i \right] / n}$$

14.1.1.1 Estabilidad de Presión Línea H₂S. Se tuvieron entonces, 6 presiones de operación repitiendo cada una 3 veces durante 200 segundos (200 valores) para cada uno de los capilares (control de caudal). Los resultados obtenidos se extrajeron del archivo histórico y se montaron en una hoja de cálculo (Excel 2013) y se resumen en la Tabla 17 donde la columna desviación máxima presenta la diferencia porcentual más grande medida durante la prueba entre los valores instantáneos de la presión y su valor objetivo.

Tabla 17. Estabilidad de la presión en la línea de MRG durante el proceso de calibración.

50µmx50mm		50µmx100mm		75µmx50mm		75µmx100mm		25µmx100m		25µmx50mm	
Pin [psi]	Desv máx[%]	Pin [psi]	Desv máx[%]	Pin [psi]	Desv máx[%]	Pin [psi]	Desv máx[%]	Pin [psi]	Desv máx[%]	Pin [psi]	Desv máx[%]
110	0,239	110	0,05	90	0,03	90	0,04	90	0,04	100	0,07
100	0,094	90	0,12	80	0,17	80	0,16	80	0,15	85	0,06
90	0,159	70	0,10	70	0,11	70	0,10	65	0,06	65	0,17
70	0,126	60	0,13	55	0,05	50	0,07	55	0,13		
60	0,129	50	0,13	40	0,09	40	0,10				
50	0,177	40	0,21								
40	0,221										

De esta manera se cumple con el requerimiento operativo en cuanto a la estabilidad en la presión en la línea de H₂S se refiere ya que la máxima inestabilidad se presenta en el capilar de 50 µm x 50 mm siendo un 0,239% del *Full Scale*.

14.1.1.2 Estabilidad de Presión Línea N₂

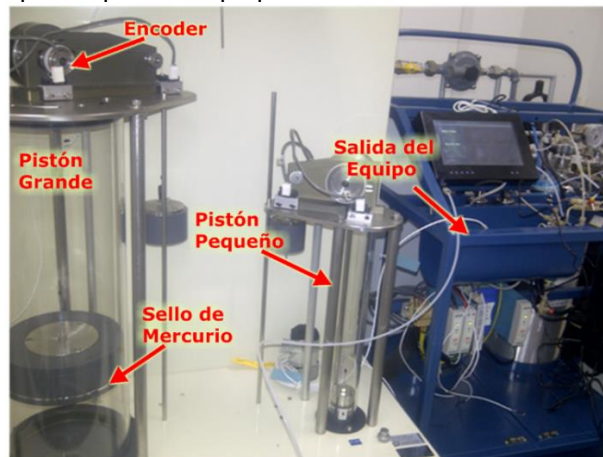
Para la línea de N₂ se tiene únicamente un capilar restrictor del flujo y cuatro presiones de operación, por tanto, se realizaron cuatro pruebas y tres repeticiones durante 200 segundos, y se obtuvieron los resultados mostrados en la Tabla 18. Donde se puede observar que la mayor inestabilidad se presenta en la presión de 80 psi en la entrada

Tabla 18. Estabilidad de presión de N₂

250 μm x 50 mm			
Pin [psi]	Desv máx [%]	Pout[psi]	Desv máx [%]
85	0,04%	18,03	0,19%
80	0,28%	17,99	0,45%
75	0,12%	18,01	0,42%
70	0,24%	17,99	0,53%

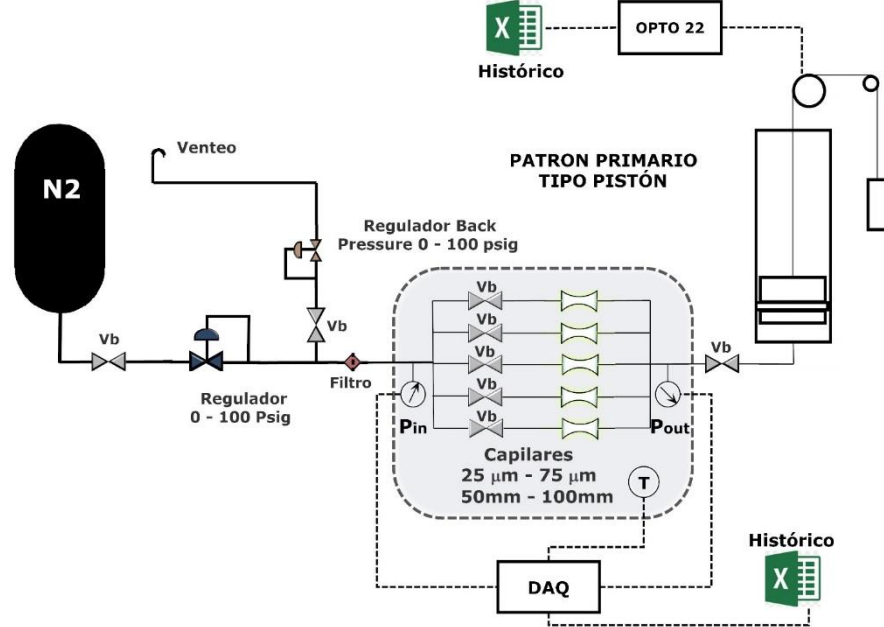
14.2 CAUDAL

Figura 76. Conexión con patrón primario tipo pistón



El caudal generado con este sistema se determinó conectando en serie el dispositivo con el patrón primario tipo pistón del CDT de GAS, el cual está controlado por un sistema de automatización que se encarga del control de la calibración y del monitoreo y registro de las variables del proceso (presión atmosférica, temperatura ambiente, presión del fluido, temperatura del fluido y volumen de la cámara), también, entrega resultados trazables de calibración certificados para cada uno de los caudales de operación del equipo y aparte de ello, se tiene un histórico de calibración, mediante el cual se pueden adquirir los datos del pistón segundo a segundo y acoplarlos con los datos adquiridos en el dispositivo. Los certificados de calibración pueden observarse en **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia..** El montaje realizado puede verse en la Figura 76 y Figura 77

Figura 77. Esquema de montaje experimental para caracterizar caudal



El dispositivo generador de trazas cuenta con capilares como elementos de restricción de flujo, estos capilares se encuentran en un *manifold* el cual los conecta a todos en paralelo y con el cual puede pasar flujo a través de uno o varios capilares en simultaneo (según el caudal que se requiera). Para la prueba, Se seleccionaron capilares, con diámetros de 25 μm (Figura 78a), 50 μm (Figura 78b) y 75 μm (Figura 78c), y longitudes de 50 mm y 100 mm para cada uno de ellos. Las imágenes fueron tomadas con un microscopio electrónico.

Figura 78. Capilares bajo caracterización

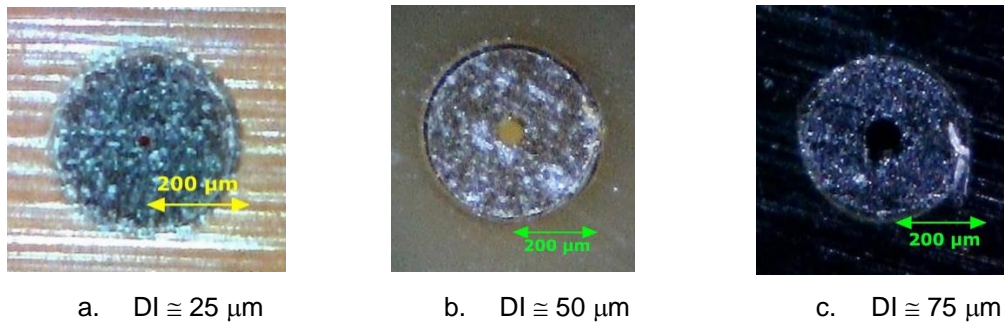


Tabla 19. Caudales máscicos obtenidos durante la prueba

Capilar	T Promedio [C]	Desv est T	ΔP [kPa]	Qe [$\mu\text{g/s}$]	Desv est Qe	Qv [cm^3/min]
75 μm x50mm	19,17	0,014	171,706	234,031	0,118	12,064
	19,20	0,023	240,669	386,988	0,282	19,933
	19,25	0,006	309,608	550,688	0,557	28,365
	19,04	0,020	378,536	787,376	0,637	40,557
	19,08	0,024	447,478	1005,746	0,174	51,805
	19,10	0,005	516,430	1220,653	0,809	62,875
75 μm x100mm	19,07	0,013	171,706	133,022	0,138	6,851
	19,10	0,009	240,669	229,807	0,251	11,837
	19,10	0,008	309,608	340,438	0,190	17,535
	19,11	0,009	378,536	481,318	0,237	24,792
	19,14	0,004	447,478	627,942	0,520	32,345
	19,15	0,018	516,430	785,880	0,107	40,480
50 μm x50mm	20,01	0,081	171,732	58,476	0,053	3,012
	19,99	0,048	240,674	105,839	0,246	5,451
	19,98	0,044	309,620	158,987	0,145	8,189
	19,99	0,070	378,558	219,154	0,290	11,288
	19,96	0,043	447,492	294,165	0,283	15,152
	20,03	0,060	516,435	371,019	0,462	19,111
50 μm x100mm	20,12	0,014	171,740	28,919	0,337	1,489
	20,13	0,000	240,691	44,630	0,153	2,298
	20,15	0,020	309,638	65,179	0,038	3,357
	20,11	0,037	378,592	87,142	0,142	4,488
	19,87	0,090	447,528	111,821	0,237	5,759
	19,91	0,115	516,458	136,158	0,316	7,013
25 μm x50mm	19,30	0,036	171,732	2,484	0,064	0,127
	19,37	0,015	240,674	5,170	0,037	0,266
	19,45	0,034	309,620	8,270	0,032	0,425
	19,66	0,014	378,558	12,174	0,038	0,627
	19,83	0,036	447,492	16,377	0,044	0,837
	19,97	0,041	516,435	20,091	0,190	1,034
25 μm x100mm	19,14	0,036	309,667	3,877	0,115	0,199
	19,14	0,058	378,601	6,322	0,099	0,325
	19,27	0,047	447,543	8,848	0,207	0,515
	19,25	0,042	516,484	12,270	0,087	0,632

Para cada capilar, se determinó experimentalmente el caudal máscico resultante, entre 4 y 6 caídas de presión generadas a través del capilar. Cada experimento se llevó a cabo con 4 réplicas. Con temperatura bastante estable, estando alrededor de 20 °C en todos los casos. La Tabla 19 presenta los datos obtenidos tanto para los caudales experimentales, mostrando también las desviaciones estándar de los valores de temperatura y de caudal máscico experimental como evidencia de la alta

estabilidad de las pruebas. Y en donde eran de esperarse caudales volumétricos menores de 2 cm³/min hasta caudales superiores a 60 cm³/min con desviaciones menores a la unidad por tanto mayor estabilidad.

14.2.1 Caudal de gas Carrier. Para el gas *carrier* también se tienen capilares como elemento restrictor de caudal. Este es un capilar de acero inoxidable (no hay necesidad de materiales anticorrosivos) con una longitud de 50 mm y un diámetro de 250 μm. la Figura 79 muestra una fotografía del perfil del capilar.

Figura 79. Capilar de acero inoxidable para el flujo de gas carrier

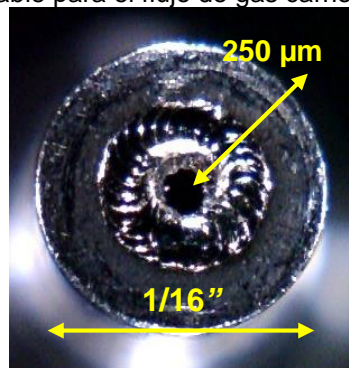


Tabla 20. Caudal para capilar de acero inoxidable

250 μm x 50 mm					
Pin [psi]	Desv máx [%]	Pout[psi]	Desv máx [%]	Qv [cm ³ /min]	Desv Máx [%]
85	0,04%	18,03	0,19%	1378,6	0,016%
80	0,28%	17,99	0,45%	1293,5	0,009%
75	0,12%	18,01	0,42%	1209,3	0,015%
70	0,24%	17,99	0,53%	1125,8	0,026%

15. ANALISIS ECONOMICO

Con el objetivo de realizar un análisis completo del presupuesto del proyecto se tiene en cuenta los diferentes tipos de costos que son:

- Costos directos
- Costos indirectos

15.1 COSTOS DIRECTOS

El costo directo del proyecto, se entiende como el costo de las materias primas en adición al costo de la manufactura. En la Tabla 1Tabla 21, pueden verse la totalidad de los costos directos del proyecto. La mayoría de las compras se realizaron en dólares, cuando este estaba en un TRM de 1.800 COP

Tabla 21. Costos directos del proyecto

NO	COMPONENTE	DESCRIPCIÓN GENERAL	FABRICANTE	CNT	USD	COP [\$]
1	Seguridad	Cartucho mascara H ₂ S	Equisold	1		\$27.000,00
2		Mascaras para H ₂ S	Equisold	1		\$58.000,00
3	MRG	Cilindro de Acero Inoxidable (w/3360safety)	DCG	3	\$500,00	\$900.000,00
4		Hydrogen Sulphide / Balanced Nitrogen	DCG	1	\$975,00	\$1.755.000,00
5		Hydrogen Sulphide / Balanced Nitrogen	DCG	1	\$975,00	\$1.755.000,00
6		Hydrogen Sulphide / Balanced Nitrogen	DCG	1	\$975,00	\$1.755.000,00
7	Regulación	Regulador para Gas corrosivo H ₂ S simple Etapa	Air Liquide	1	\$1.195,00	\$2.151.000,00
8		Regulador para Gas corrosivo H ₂ S Etapa dual	Air Liquide	1	\$885,00	\$1.593.000,00
9		Valvula de cilindro Nitrógeno	Extinsold	1		\$90.000,00
10		Regulador para Gas Inerte N ₂ 1 era etapa	Air Liquide	1	\$966,00	\$1.738.800,00
11		Regulador de Presion Back Pressure H ₂ S	Air Liquide	1	\$622,00	\$1.119.600,00
12	Filtrado	Click-On In-Line Super Clean® Replacement Gas Traps	Supelco	2	\$120,00	\$216.000,00
13		Click-On In-Line Super Clean® Indicator	Supelco	1	\$125,00	\$225.000,00
14		Click-On In-Line Super Clean® Connectors	Supelco	2	\$223,00	\$401.400,00
15		Micro filtro 1/16" OD	Upchurch scientific	1	\$108,71	\$195.678,00
16	Tubing	Filtro de particulas 0,5um 1/8" OD	Swagelok	2	\$58,30	\$104.940,00
17		Tubing 1/8" OD PTFE	Upchurch Scientific	2	\$18,14	\$32.652,00
18		Tubing 1/16" OD Peek	Upchurch Scientific	1	\$16,81	\$30.258,00
19	SCADA	Tubing 1/8" OD Peek	Upchurch Scientific	2	\$34,83	\$62.694,00

20		Fuente de Alimentación Mean Well MDR-20-24	Mean Well	2	\$16,39	\$29.502,00
21		Multi-Channel, Four RTD Input, Two-wire Transmitter	Eurotherm	1	\$446,00	\$802.800,00
22		Pt100 1.6X1.2 mm, -200°C to 600°C, class A, 10 mm leads (20 unit pack)	IST	1	\$180,00	\$324.000,00
23		8 Channel Ethernet RS232/RS485 A-D Transmitter with MODBUS TCP A-D Converter	Sunyuan SZ	2	\$125,00	\$225.000,00
24		AccuSense ASM Pressure Transducer	Setra	1	\$418,99	\$754.182,00
25		AccuSense ASM Pressure Transducer	Setra	2	\$418,99	\$754.182,00
26		Setra SecureCal Calibration Accessory	Setra	1	\$275,00	\$495.000,00
27		6-Pin Mating Bayonet Connector	Setra	3	\$63,00	\$113.400,00
28	Ensamblaje Acero Inoxidable	Válvula de Bola Silconert Coating	Swagelok	4	\$194,11	\$349.398,00
29		Válvula de Bola Stainless steel	Swagelok	3	\$75,30	\$135.540,00
30		1/8" Bulk Head Union	Swagelok	3	\$22,60	\$40.680,00
31		Plug 1/4" MNPT	Swagelok	2	\$40,15	\$72.270,00
32		Cross 1/8" OD Silconert coating	Swagelok	3	\$83,21	\$149.778,00
33		Connector Male 1/8" - 1/4 NPT Silconert coating	Swagelok	2	\$37,20	\$66.960,00
34		Connector Female 1/8" - 1/4 NPT Silconert Coating	Swagelok	2	\$44,66	\$80.388,00
35	Ensamblaje PEEK	Tuerca- Fécula 1/16 OD	Upchurch scientific	2	\$39,31	\$70.758,00
36		Tuerca Fécula 1/8 OD	Upchurch scientific	2	\$39,31	\$70.758,00
37		1/4" MNPT x 1/8" OD	Upchurch scientific	8	\$16,37	\$29.466,00
38		1/8" MNPT x 1/8" OD	Upchurch scientific	8	\$16,37	\$29.466,00
39		Codo 1/16 OD	Upchurch scientific	10	\$48,49	\$87.282,00
40		Válvula Milimétrica 1/8" OD	Upchurch scientific	3	\$51,28	\$92.304,00
41		Yee	Upchurch scientific	6	\$31,50	\$56.700,00
42		Adaptador 1/4-28 x 10-32 coned	Upchurch scientific	2	\$25,43	\$45.774,00
43		Union 1/16" OD	Upchurch scientific	3	\$20,39	\$36.702,00
44		Union 1/8" OD	Upchurch scientific	2	\$20,39	\$36.702,00
45		Tee 1/8" od	Upchurch scientific	15	\$31,50	\$56.700,00
46		Cruz 1/8" OD	Upchurch scientific	4	\$39,25	\$70.650,00
47		Válvula de bola 1/16" OD	Upchurch scientific	8	\$46,78	\$84.204,00
48		Válvula de bola 1/8" OD	Upchurch scientific	10	\$46,78	\$84.204,00
49		Válvula Check 1/8" OD	Upchurch scientific	2	\$90,00	\$162.000,00
50		Tuerca 1/4 - 28 x 1/16 OD	Upchurch scientific	2	\$11,33	\$20.394,00
TOTAL						\$19.638.166,00

15.2 COSTOS DE MANO DE OBRA

En esta sección se describen los gastos relacionados con la fabricación y ensamblaje de los componentes, tales como los estructurales y apariencias. La Tabla 22 muestra los gastos de mano de obra.

Tabla 22. Gastos de mano de obra

OPERACIÓN	TIEMPO	COSTO [COP \$]
Construcción de Estructura, Soportes y Puertas	8 horas (3 personas)	\$ 250.000,00
Pintura Electrostática	4 horas (1 persona)	\$ 100.000,00
Maquinados	1 Hora	\$ 10.000,00
Instalación Sistema Eléctrico		\$ 100.000,00
TOTAL		\$ 460.000,00

15.3 COSTOS INDIRECTOS

Esta sección, comprende los gastos que no tienen una relación directa con el producto final²⁷. Se incluyen todos los gastos relacionados con diseño e ingeniería, transporte, envío, entre otros Tabla 23.

Tabla 23. Costos Indirectos

COMPONENTE	CANTIDAD	COSTO [COP \$]
Diseño e Ingeniería	6 meses (SLMV)	\$ 3.864.000,00
Transporte EEUU-Colombia	Cilindro, Accesorios, Reguladores, Filtros	\$ 450.000,00
Envío EEUU-Colombia	Aduanas	\$ 230.000,00
TOTAL		\$ 4.544.000,00

²⁷ TORRE, Jorge Olavarrieta de la. Conceptos Generales de Productividad, Sistemas, Normalización y Competitividad para Pequeña y Mediana Empresa. Edición en Español. Universidad Iberoamericana. Mexico 1999.

15.4 COSTO TOTAL DE LA MAQUINA

En la Tabla 24, se muestran los costos totales de la máquina, aquí se incluyen los precios de los costos directos (materia prima, elementos adquiridos y manufactura) y los costos indirectos.

Tabla 24. Costos totales del sistema

COMPONENTE	COSTO [COP \$]
Costos Directos	\$ 19.638.166,00
Mano de Obra	\$ 360.000,00
Costos Indirectos	\$ 4.544.000,00
TOTAL	\$ 24.542.166,00

16. CONCLUSIONES

Se diseñó y construyó un sistema de suministro y acondicionamiento de gases a condiciones controladas como parte de un generador de trazas de gases de referencia, a utilizarse en la calibración de analizadores de gases contaminantes, para el Centro de Desarrollo Tecnológico del Gas - CDT de GAS el cual posee las siguientes características:

Es compatible con los gases contaminantes presentes tanto en el aire ambiente como en el gas natural.

Tiene la capacidad de regular presiones para cilindros que tengan 2000 psia hasta 200 psia y suministrar gases con presiones comprendidas desde los 40 psia hasta 110 psia.

Las presiones tienen estabilidades mejores al 1%.

El sistema puede suministrar caudal desde 1,8 dm³/min (línea de *carrier*) hasta 0,1 cm³/min (línea de MRG) con estabilidades mejores de 0,5%.

El gas *carrier* es originalmente de grado 4,5^o y se filtró tanto química como físicamente para de esta manera aumentar la pureza del mismo llevándolo a un gas superior a grado 5^o.

Se diseñó un sistema de adquisición de datos el cual nos puede generar un histórico de calibración, con el cual se puede observar el comportamiento de todas las variables implicadas en proceso en tiempo real.

Se construyó un equipo relativamente ligero, el cual puede ser llevado a análisis de campo ya que su peso es menor de 60 Kg y sus dimensiones son de 50 cm de ancho x 50cm de profundidad x 70 cm de altura.

Se realizaron procedimientos experimentales para determinar la eficiencia de un material a la hora de transportar gases altamente reactivos como el H₂S.

Se realizó una gran innovación en cuanto a los materiales utilizados para el muestreo de gas natural en Colombia, ya que el PEEK representa una valiosa solución en el reemplazo del acero inoxidable.

Se construyó un equipo que brinda una solución económica a la problemática existente en Colombia ya que en el país no se genera MRG de gases reactivos.

El proyecto contribuyó al desarrollo como ingeniero mecánico ya que realicé un trabajo en conjunto con grandes profesionales los cuales extendieron mis expectativas y contribuyeron de manera positiva en mi desarrollo como profesional.

17. RECOMENDACIONES

Utilizar el equipo en exteriores o dentro de un recinto que posea conexiones con el aire ambiente.

Seguir cuidadosamente las normas de seguridad como: la utilización de la máscara, conexión de venteos, uso de gafas protectoras, elementos de control de derrames entre otros (descritos en el capítulo 13 y el **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**).

Utilizar el equipo siempre bajo supervisión de terceros.

En caso de fugas, cerrar el cilindro de MRG, evacuar la zona inmediatamente ventear el recinto y esperar un tiempo aproximado de 2 horas para reingresar y revisar causas.

Realizar estrictamente el procedimiento de limpieza de líneas antes y después de utilizar el equipo.

Es muy importante mantener las válvulas de protección de los filtros siempre cerradas cuando el equipo no se encuentre en uso para de esta manera alargar la vida útil del filtro químico debido a que la humedad del ambiente puede saturarlo.

Es muy recomendable no utilizar el equipo cuando las condiciones ambientales no sean las apropiadas como:

Temperatura menor a 15 °C

Humedad por encima de 90%

Altas variaciones en la temperatura (>2°C por hora)

REFERENCIAS

ANGELY, L. *et al.* Preparing Standard Samples for Detector Calibration in Gas Chromatographic Analysis of Gases. En: Analytical Chemistry, 1969, vol. 41, no. 11, p. 49-56.

BARRAT, S. 1981. The Preparation of Standard Gas Mixtures. A Review. En: The Analyst, vol.106, no 265, p. 817, doi: 10.1039/an9810600817.

COLOMBIA. COMISION DE REGULACION DE ENERGIA Y GAS. Resolución CREG 071 (03, diciembre, 1999). Por la cual se establece el Reglamento Único de Transporte de Gas Natural- (RUT). Diario Oficial. Bogotá D.C., no 43859, p. 1-68.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE PLANEACION. Creación Del Instituto Nacional de Metrología. Estudio de Necesidad Y Red Institucional. 2011 [Citado 23 may, 2016] (Colombia), Disponible en: <http://www.dnp.gov.co/PORTALWEB/LinkClick.aspx?fileticket=yxjzbe96PEY%3D&tabid=1274>.

DHEANDHANOO, Seskan, YANG James y WAGNER. Michael. Modeling the Characteristics of Gas System DryDown. En: Solid State Technology, 2001, vol 44, no 6, 6 p.

DITTLER, Roy Frank. Reducing Ultra High Purity Gas Consumption by Characterization of Trace Contaminant Kinetic and Transport Behavior in UHP fabrication Environments. Arizona: University of Arizona Department Of Chemical and Environmental Engineering, 2014. 148 p.

HOLMES *et al*, Report of the Selby Smelter Commission. With Accompanying Papers. En: Department of the Interior, Bureau of Mines, vol 98, 1915. p. 234-304.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Compatibility of cylinder and valve materials with gas contents -- Part 1: Metallic materials. ISO 11114-1:2012. 2 ed. Geneve, Suiza: ISO, 2012. 14 p.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Gas Analysis - Comparison Methods for Determining and Checking the Composition of Calibration Gas Mixtures. TC 158. 2001. ISO 6143:2001. 2 ed. Geneve, Suiza: ISO, 2001. 10 p.

KUN,J y NESNIC, S. Investigation of CO₂/H₂S corrosion. En: CORROSION, 2004, no 4728

LEVENSPIEL, O. Chemical Reaction Engineering. New York: Wiley, 1999.

MANRIQUE, Víctor y CASTILLO, Diana M. Hacia el establecimiento de cadena de trazabilidad para mediciones de calidad de aire emisiones de fuentes fijas y móviles. En: Revista Met & Flu, 2014, no 9, p.16-25.

MOYER, Thomas y RICHARD, Amtower. Gas dilution apparatus for preparing reproducible dynamic gas mixtures in any desired concentration and complexity. En: Journal of the Air Pollution Control Association, 1966. p. 175-214.

OESCH S. Effect of SO₂, NO₂, NO and O₃ on Corrosion Carbon Steel Unalloyed and Weathering Steel - the Results of Laboratory Exposures. En: Corrosion Science. 1996, vol 38, no 8, p.1357-1368.

OVEJERO GARCÍA, J. Daño por Hidrógeno en Materiales Metálicos. En: Hojitas de Conocimiento IEDS, 2009. P.7-8, ISBN 978-987-1323-12-8.

TAGLIABUE, Marco. High Pressure Hydrogen Sulphide Adsorption on Silica–Aluminas. En: Chemical Engineering Journal, 2012, vol. 210, p. 398-403.

TORRE, Jorge Olavarrieta de la. Conceptos Generales de Productividad, Sistemas, Normalización y Competitividad para Pequeña y Mediana Empresa. Edición en Español. Universidad Iberoamericana. Mexico 1999.

URIBE, Iván; VELOSA, Aldrin y ZABALA, Luis. Fundamentos del daño por hidrógeno en aceros. En: El hombre y la máquina 36 ed. 2011. P. 1–142.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. Regional Office for Europe. Review of Evidence on Health Aspects of Air Pollution Project. First Results. 2013. [En Internet] Disponible en: http://www.euro.who.int/__data/assets/pdf_file/0020/182432/e96762-final.pdf

YAO, Junpin. *et al.* Application of Pressure-Cycle Purge (PCP) in Dry-down of Ultra High Purity Gas Distribution Systems. En: Chemical Engineering Science., vol. 65, no. 17, p. 41-57, doi:10.1016/j.ces.2010.06.002.

ANEXOS

Los anexos se encuentran en la carpeta adjunta.