



CCADET

CENTRO DE CIENCIAS APLICADAS Y DESARROLLO
TECNOLÓGICO
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

Sistema para realizar titulaciones automáticas utilizando un dispensador comercial

Benjamín Valera Orozco
José de Jesús García Valdés
Gloría García Ramírez
María Elena Castilla Madrigal
Silvia Citlalli Gama González
Xociquetzal González Rodríguez

Noviembre 2015

Proyecto PAPIME: Adaptación de un dispensador comercial para preparar disoluciones estándar y realizar titulaciones automáticas en el laboratorio de Química Analítica

Clave del proyecto: PE207915

Sistema para realizar titulaciones automáticas utilizando un dispensador comercial

Benjamín Valera Orozco¹, José de Jesús García Valdés², Gloria García Ramírez², María Elena Castilla Madrigal², Silvia Citlalli Gama González², Xociquetzal González Rodríguez²

¹Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, ²Facultad de Química
Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior S/N, Ciudad Universitaria AP 70-186, C.P.
04510, México D.F. México

Resumen

La preparación de disoluciones y normalización de éstas constituye una parte importante en la formación de los alumnos de licenciatura en Química. Con éstas, los estudiantes realizan diversas reacciones químicas durante varios cursos contenidos en los planes de estudio. En particular, se debe conocer con exactitud y con precisión los títulos de los reactivos. La medición de volúmenes pequeños (<1mL) siempre es un reto para un químico analítico, y éste es aún mayor si se pretende realizar titulaciones con cantidades aún menores. En este trabajo se presenta un sistema automatizado propuesto para la preparación de disoluciones y también como bureta automática, en donde se utiliza un dispensador de precisión comercial. Éste último se usará en el desarrollo de nuevas prácticas del Laboratorio de Química Analítica Experimental a nivel licenciatura. El sistema automatizado consiste de un dispensador de líquidos Microlab 500 con interface serie RS232, un potenciómetro con señal de salida analógica, una mini tarjeta de adquisición de señales de 16 bits DAQ-0311A, una computadora personal y software desarrollado en Visual C++ 2008. El sistema en conjunto permite la dosificación controlada de volumen variable de líquidos en un tiempo seleccionado, y donde se adapta un equipo monitor para medir potencial, conductividad o pH. La señal de salida analógica del equipo medidor se digitaliza mediante la tarjeta de adquisición y se grafica en la pantalla de operación de la PC. Se puede disponer de los datos en forma de archivo. El programa de operación permite modificar las variables que controlan el proceso de dispensado y captura de señales. El sistema tiene la ventaja de optimizar al máximo el uso de disoluciones y su uso es de gran motivación para el alumno ya que permite aterrizar los conceptos y explorar la instrumentación con base en PC's.

Indice

Introducción	3
Definición del problema	3
Entorno actual	3
Descripción del problema a resolver y motivación	3
Relevancia y limitaciones	4
Relación con otras áreas	4
Método	4
Objetivos y resultados esperados	4
Organización del informe	5
1 Descripción del sistema	6
1.1 Esquema general	6
1.2 Dispensador de precisión	6
1.2.1 Método de valoración del dispensado	7
1.2.2 Protocolo de comunicaciones	8
1.3 Tarjeta de adquisición de señales	10
1.3.1 Características	11
1.3.2 Programación	11
2 Descripción del software de operación	12
2.1 Procedimiento de instalación	12
2.1.1 Requisitos mínimos	12
2.1.2 Instalación del software	12
2.2 Descripción del software en el ámbito del operador	13
2.2.1 Consideraciones previas	14
2.2.2 Descripción de la pantalla principal	15
2.3 Descripción del software en el ámbito del programador	18
2.3.1 Clases insertadas por los controles ActiveX	18
2.3.2 Clase CAboutDlg	19
2.3.3 Clase CCambiarParametros	19
2.3.4 Clase CParamCom	20
2.3.5 Clase CTitrateApp	20
2.3.6 Clase CTitarteDlg	21
2.4 Procedimiento típico para operar el sistema	22
3 Resultados y discusión	25
3.1 Resultados	25
3.1.1 Sistema automatizado	25
3.1.2 Experimento del Laboratorio de Química	26
3.2 Trabajo a futuro	26
Conclusiones	27
Agradecimientos	27
Anexo A Cable de interconexión	28
Referencias	29

Introducción

La instrumentación virtual es un enfoque moderno que ha desplazado a los tradicionales instrumentos de medición y control por la representación de las mediciones mediante una computadora e interface gráfica. En este sentido, el software es el encargado de controlar y registrar las variables físicas de un experimento determinado con el uso de sistemas de acondicionamiento y adquisición de señales [Rajagopalan et al, 2010].

Particularmente en el aprendizaje de los fenómenos químicos, la instrumentación virtual ha demostrado su utilidad ya que ha impulsado la motivación del alumno por entender las conexiones que existen entre la teoría, la simulación, el fenómeno físico y los instrumentos de medición [Guevara y Luengas, 2010].

Definición del problema

En este informe se presenta el desarrollo de hardware y software para la adaptación de un dosificador comercial como un sistema titulador para ser utilizado en los cursos regulares de química. El objetivo es que las disoluciones sean dispensadas en cantidades óptimas de manera que el alumno asimile el tema de estudio minimizando el desecho de residuos que puedan afectar al medio ambiente y lo motive en el uso de los recursos computacionales modernos.

Entorno actual

En los laboratorios de docencia de la materias correspondientes a la serie de Química Analítica de la Facultad de Química de la UNAM, se realizan miles de titulaciones y curvas de calibración por semestre. Las valoraciones son el método clásico para cuantificar varios analitos en el laboratorio, sin embargo su principal desventaja es que consumen gran cantidad de tiempo y reactivos. Por otra parte las curvas de titulación presentan el inconveniente de que requieren una cantidad apreciable de material volumétrico de tipo A y de una pericia adecuada por parte de los alumnos para generar resultados reproducibles. Ambas formas de cuantificar además generan un volumen de residuos importante: varios contenedores de 20 litros semestrales. El costo para confinar los residuos es elevado y además contribuye a la contaminación del medio ambiente. La manera más común y fácil de seguir la variación de la concentración de un analito es la medición de potencial con un electrodo indicador o en su defecto la medición de una propiedad mediante un instrumento de medición: espectrofotómetro, conductímetro, potenciómetro, entre otros.

Descripción del problema a resolver y motivación

En este proyecto se pretende adaptar un dosificador comercial como un sistema titulador automático universal con detección potenciométrica para realizar diferentes tipos de valoraciones. Este mismo dosificador puede adaptarse también para funcionar como un equipo para preparar diluciones seriales para usarse en la preparación de curvas de calibración. Se pretende que este sistema trabaje en tiempo real y que tenga la flexibilidad para realizar titulaciones completas desde 100 microlitros hasta 10 mililitros. Por otra parte el tiempo de dispensado debe ser variable con el fin de realizar las titulaciones rápidas en menos de 5 minutos (equilibrios ácido-base) o en el transcurso de 90 minutos o más para reacciones muy lentas (equilibrios redox). El monitoreo debe llevarse a cabo en tiempo real. Se variarán algunos parámetros de medida como velocidad de flujo del titulante, volumen al punto final y tiempo de muestreo. Se requiere encontrar qué tiempo es adecuado para las mediciones en donde la cinética de reacción es lenta. Es posible realizar algunas de estas funciones con tituladores automáticos comerciales pero en muchas de sus características quedan muy cortos a lo que se pretende en este proyecto. Además el costo de éstos es muy elevado con respecto a lo que se pretende obtener en este proyecto. El objetivo de este trabajo es montar un sistema titulador y/o dosificador automático capaz de realizar valoraciones reproducibles y la preparación de estándares para el trazo de curvas de calibración en tiempos cortos y a costo accesible para el fin usarse masivamente en docencia. Con ello se ahorrará en material volumétrico, reactivos y en la generación de residuos. Además nos permitirá modernizar la enseñanza, reducir costos en la compra de reactivos y en el tratamiento y/o confinamiento de residuos.

Relevancia y limitaciones

La relevancia de este trabajo radica en dos aspectos que la planta académica en la materia ha identificado como elementos que modernizan el proceso de enseñanza. En primer lugar motivar al alumno en el uso de recursos modernos de instrumentación y programación de computadoras aplicados en el área de química analítica. En segundo lugar el sistema propuesto servirá como herramienta de valoración para optimizar tiempo, recursos y residuos.

Las limitaciones del sistema por desarrollar radican en que está restringido a una serie de dispositivos comerciales que sean compatibles con el esquema general planteado. Es decir, en el desarrollo del sistema se contempla el uso de un dosificador comercial de marca y modelo predeterminado y medidor de potencial con salida analógica. El sistema no acepta equipo diferente al ya mencionado.

Relación con otras áreas

Existe una gran relación con las áreas de química analítica, instrumentación virtual, programación de computadoras y medición e instrumentación.

Método

El esquema general de conexiones para automatizar el proceso de preparación de disoluciones líquidas se muestra en la figura 1.

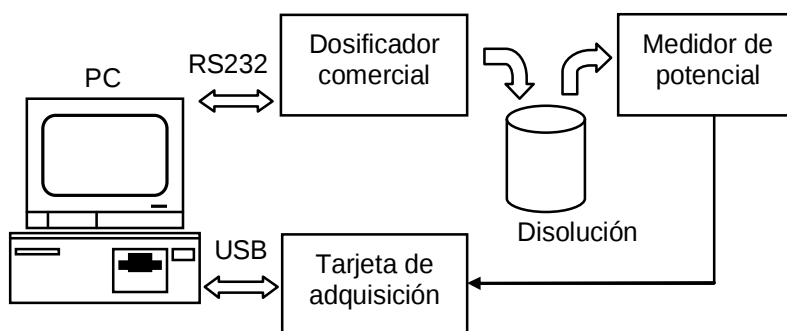


Figura 1. Sistema automatizado para la preparación de disoluciones líquidas.

En la figura 1 se muestra un equipo procesador de líquidos o dosificador Microlab 500 conectado al puerto serie RS232 de una PC. El dosificador se encarga de dispensar de manera controlada el material base hacia el recipiente que contiene la disolución. Con objeto de observar el comportamiento de la disolución, un medidor de potencial se encarga de registrar el PH o potencial de la reacción. A su vez, la salida analógica del medidor de potencial se conecta a una tarjeta de adquisición de datos DAQ-0311A de 16 bits en donde se pueden transferir las mediciones de potencial hacia la PC mediante el puerto USB. En la computadora se ejecuta un programa desarrollado específicamente como parte de este trabajo. El programa gobierna el dispensado del material base y registra las mediciones de potencial. El software fue desarrollado en Visual C++ 2008 y contempla la variación de parámetros, algoritmo de mezclado y despliegue de resultados que forman parte de los cursos de química analítica.

Objetivos y resultados esperados

Adaptar un dosificador automático para que realice titulaciones y diluciones seriales de manera automática y comprobar su correcto funcionamiento con valoraciones modelo (ácido-base, redox, complejación y precipitación).

Objetivos Particulares:

- a) Acoplar el dosificador a una interface RS232 para manejarse a través de una computadora.
- b) Crear el programa (mediante Visual C++) que envíe los comandos hacia el dosificador y que éste realice las funciones propias de dispensado en pasos y en continuo.
- c) Diseñar el programa de adquisición de los datos crudos del sistema de registro (potenciostato, conductímetros, espectrofotómetros, etc) para observarse en tiempo real en la computadora.
- d) Diseñar una interface gráfica para que el dosificador realice diluciones seriales con varios parámetros acorde a las necesidades de uso.

Organización del informe

En la sección 1 se describe el esquema general del sistema completo para la automatización de titulaciones. En la sección 2 se describe el software de operación en los ámbitos del usuario y del programador. Se proporciona una guía típica para operar el sistema desarrollado. En la sección 3 se muestra el funcionamiento del sistema bajo pruebas de desempeño, se discuten los resultados obtenidos y se establece el trabajo a futuro. En las conclusiones se expone el trabajo realizado en este proyecto. En el anexo A se muestran los detalles de la elaboración del cable RS232 que permite la conexión entre el dispensador y una PC. En las referencias, se lista la bibliografía usada para la elaboración de este trabajo. Se incluye un CD conteniendo la siguiente estructura de directorios.

```
Informe
CodigoFuente
  Titrate
Programa
  Instalacion
  ControlesActiveX
```

El contenido de los directorios es como sigue:

Informe: El presente documento.

CodigoFuente: El código fuente del software desarrollado en Visual C++ 2008 para automatizar las titulaciones (proyecto Visual Studio Titrate).

Programa: Los archivos de instalación y controladores ActiveX para PC.

1 Descripción del sistema

El presente trabajo consiste en desarrollar un sistema automático para realizar titulaciones desde una computadora usando como base un dispensador de precisión comercial y una tarjeta de adquisición de señales.

1.1 Esquema general

La figura 2 muestra el esquema general para realizar titulaciones automáticas desde el software de propósito específico en una PC.

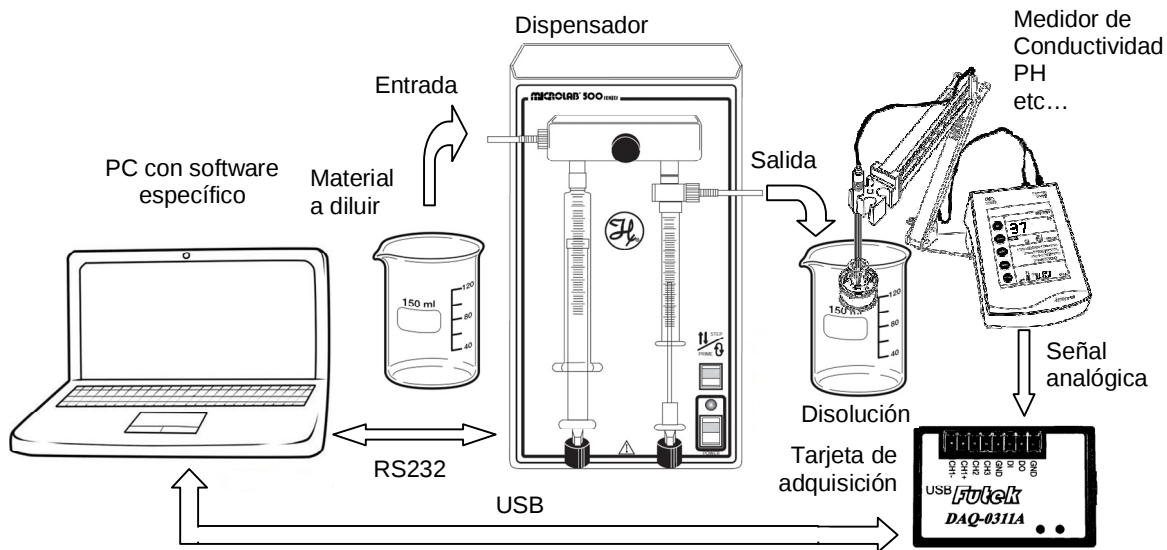


Figura 2. Esquema general.

En el esquema de la figura 2 se prescinde de la unidad de control propia del dispensador, de manera que el control sobre las funciones del dispensador recae sobre la terminal PC a través del enlace RS232. De esta forma el software específico para PC gobierna el funcionamiento del dispensador. A su vez, la interface USB entre la PC y la tarjeta de adquisición permite la transferencia de mediciones de conductividad, PH u otra variable que genere el equipo de monitoreo. Para esto, el equipo de monitoreo debe tener interface de señal analógica en el rango de 0 a 1V (característica común en varios equipos de este tipo). El software específico entonces llena la jeringa de entrada con el material a diluir y lo suministra por la jeringa de salida de manera controlada tanto en tiempo como en volumen.

Bajo el esquema de la figura 2 se pueden llevar a cabo una gran cantidad de experimentos de dosificación o titulación ya que el sistema es susceptible de ser controlado por una PC y almacenar los resultados del proceso en archivos de texto que pueden ser importados por Microsoft Excel.

A continuación, una descripción detallada de los componentes del sistema automático de dispensado.

1.2 Dispensador de precisión

El dispensador MicroLab 500 es un procesador de líquidos semi-automático que funciona con una o dos jeringas, figura 3 [Hamilton, 1999].



Figura 3. MicroLab 500.

Su principio de operación está sobre la base de desplazar líquido a líquido en su sistema de jeringas deslizables linealmente mediante motores a pasos. El equipo proporciona cuatro modos de desplazamiento de líquidos: llenado, dispensado, reabastecimiento automático y purgado.

Con base en estos modos de desplazamiento del fluido, el equipo puede realizar los siguientes cinco métodos de dispensado:

- Alícuotas. Este método se utiliza para dispensar cantidades iguales de un volumen total de líquido.
- Dispensado en serie. Este método se utiliza para dispensar diferentes cantidades de un volumen total de líquido.
- Dilución. Este método se utiliza para diluir un fluido diluyente en un fluido muestra con o sin brecha de aire.
- Pipeteo. En el método de pipeteo se aspira la misma cantidad de fluido que se dispensa, con o sin brecha de aire.
- Valoración o Titrate. El método de valoración es muy similar a las alícuotas, excepto que en éste método se puede dispensar un volumen inicial previo a las alícuotas de igual volumen.

Para el esquema automatizado de titulación automática se determinó que el método de valoración del dispensado es el más adecuado para la realización del presente proyecto.

1.2.1 Método de valoración del dispensado

Para el método de valoración o titrate se seleccionan los siguientes parámetros de operación en el dispensador de precisión MicroLab 500:

- Volumen total.
- Volumen inicial.
- Volumen para el dispensado paso a paso.
- Velocidad de la jeringa para el llenado.

- Velocidad de la jeringa para el dispensado inicial.
- Velocidad de la jeringa para el dispensado paso a paso.
- Tiempo de retardo entre el dispensado paso a paso.

El método de valoración del dispensado es un método interactivo que requiere la confirmación por parte del usuario para proceder entre cada paso de dispensado cuando se opera el equipo MicroLab 500 desde su unidad de control local. Para la automatización del método de valoración, el software a desarrollar como parte de este proyecto, prescindirá de la confirmación del usuario y desempeñará el proceso con la mínima intervención por parte del operador, como se muestra en la figura 4.

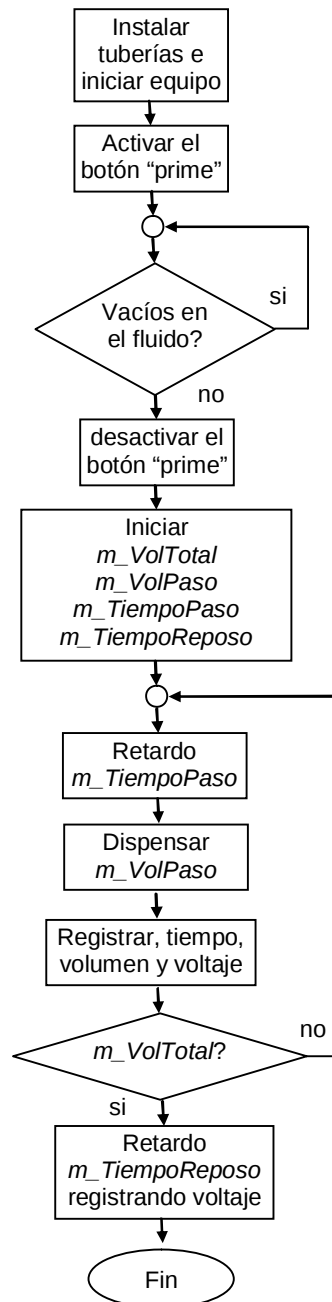


Figura 4. Automatización del método de valoración o titrate.

En la figura 4 las variables del método de valoración del dispensado son:

- $m_VolTotal$ es el volumen total a dispensar.
- $m_VolPaso$ es el volumen para el dispensado paso a paso.
- $m_TiempoPaso$ es el tiempo de retardo entre el dispensado paso a paso.
- $m_TiempoReposo$ es el tiempo de retardo para la estabilización al finalizar el dispensado.

El método a automatizar consiste esencialmente en dispensar un volumen total de material a diluir en pasos consecutivos controlados en volumen y tiempo. En cada paso se registran volumen, tiempo y voltaje del equipo monitor. Al finalizar el dispensado total, se tiene un tiempo de retardo durante el cual se estabiliza la mezcla y se continua registrando el voltaje del equipo monitor. Es importante mencionar que las velocidades de la jeringa se mantienen constantes ya que previamente se conoce su valor óptimo.

1.2.2 Protocolo de comunicaciones

La compañía fabricante del equipo MicroLab 500 proporciona dos tipos de protocolo para la comunicación con el instrumento:

- Protocolo 1/RNO+
- Protocolo DIN BDZ

Estos protocolos utilizan el estándar industrial RS232 y permiten el enlace de hasta 16 instrumentos. Cada instrumento en particular entonces debe ser accedido a través de su propia dirección.

Para el desarrollo del presente proyecto se opta por el protocolo 1/RNO+ ya que es más descriptivo y se asemeja al lenguaje ensamblador de los microprocesadores, lo cual lo hace más sencillo de utilizar.

Bajo el protocolo 1/RNO+, los comandos de operación son transmitidos del equipo controlador hacia el instrumento como una cadena de caracteres terminada con el carácter especial de control <CR> (Carriage Return). De igual manera el instrumento responde al equipo controlador con una cadena de caracteres terminada con <CR>. El formato de la transmisión RS232 es como sigue:

- Tasa de transmisión: Variable. 9600 por omisión.
- Paridad: Impar.
- Bits de datos: 7.
- Bits de parada: 1.

De acuerdo al diagrama de flujo de la figura 4, las instrucciones que se deben enviar desde el controlador al dispensador son las siguientes.

Para el caso del presente proyecto y la configuración mostrada en la figura 2, solo existe un instrumento dispensador conectado a un solo equipo controlador. De esta forma se asignará la única dirección "a" al dispensador mediante la siguiente cadena de caracteres enviada por el controlador

1a<CR> (1)

en donde:

a es la dirección del dispensador.

Posteriormente el dispensador debe ser inicializado para llevar los émbolos de las jeringas a la posición superior. Lo anterior se consigue al enviar la siguiente cadena desde el controlador

aXR<CR> (2)

en donde:

a es la dirección del dispensador.

X indica que los émbolos de las jeringas sean desplazados hasta el tope superior.

R establece que la cadena se ejecute.

A continuación se debe llenar la jeringa izquierda del dispensador con el material a diluir mediante la siguiente cadena enviada desde el controlador

aBIPxxxS3R<CR> (3)

en donde:

a es la dirección del dispensador.

B selecciona la jeringa izquierda.

I selecciona la válvula para la entrada de fluido a la jeringa.

Pxxx establece que la jeringa absorberá xxx cantidad de fluido.

S3 establece que la jeringa se moverá con velocidad 3.

R establece que la cadena se ejecute.

Por último, el dispensado paso a paso del material se consigue al enviar la siguiente cadena desde el controlador al dispensador

aBODxxxS8R<CR> (4)

en donde:

a es la dirección del dispensador.

B selecciona la jeringa izquierda.

O selecciona la válvula para la salida de fluido de la jeringa.

Dxxx establece que la jeringa dispense xxx cantidad de fluido.

S8 establece que la jeringa se moverá con velocidad 8.

R establece que la cadena se ejecute.

Existen otras instrucciones que acepta el dispensador para su operación. Sin embargo, para el presente proyecto, las instrucciones (1) a (4) son suficientes.

1.3 Tarjeta de adquisición de señales

La tarjeta de adquisición de señales seleccionada para realizar el presente proyecto es la DAQ-0311 de la empresa Futek, figura 5, que se describe a continuación.



Figura 5. DAQ-0311.

1.3.1 Características

La Futek DAQ-0311 es un sistema integrado hardware y software para la adquisición de señales. Sus principales características son las siguientes:

- Una entrada digital.
- Una salida digital.
- Tres entradas analógicas de 16 bits y $3M\Omega$ de impedancia de entrada.
- 100 muestras por segundo.
- Intervalos analógicos de entrada ± 1.25 , ± 2.5 , ± 5 y ± 10 .
- Alimentada mediante la conexión USB de la computadora anfitriona.

La instalación típica se realiza de manera sencilla en Windows XP de 32 bits como se describe en [Futek, 2012] e incluye el software de operación FTezDAQ-2.0.

1.3.2 Programación

La Futek DAQ-0311 es distribuida con la librería de programación DAQDriver [Futek, 2011]. La librería DAQDriver es una DLL que es soportada por diversos lenguajes de programación como LabView, LabWindows, C y Basic. La librería contiene diversas funciones que permiten al programador controlar el funcionamiento de la DAQ-0311 desde programas desarrollados para Windows XP de 32 bits. Las funciones de la librería utilizadas en el presente proyecto se describen a continuación.

- `DAQ_Open(&handle);` Abre el dispositivo y regresa una variable manejadora para realizar operaciones subsecuentes.
- `DAQ_SetADCMode(handle, MODE_SINGLEENDED);` Establece el modo de operación para la conversión de analógico a digital. El parámetro `MODE_SINGLEENDED` se establece para indicar que el canal de conversión está referido a tierra.
- `DAQ_SetADCCnf(handle,1,1,RANGE_N10000_P10000);` Establece la configuración del canal de conversión analógico a digital. El parámetro 1 indica el número de canal a utilizar. El siguiente parámetro 1 indica que el canal estará encendido. El parámetro `RANGE_N10000_P10000` indica que el rango analógico del canal será de $\pm 10V$.
- `DAQ_SetADCRate(handle,100);` Establece la tasa de muestreo del canal. El parámetro 100 indica una tasa de 100 muestras por segundo.
- `DAQ_ReadADC(handle,1,&volt);` Lee el voltaje en el canal establecido. El parámetro 1 indica el número de canal analógico a digital. El parámetro `volt` es un apuntador a la variable que almacenará el resultado de la conversión.

2 Descripción del software de operación

En el presente capítulo se describe el software de operación que automatiza el proceso de dispensado con base en el hardware y procedimientos mencionados en el capítulo 1.

2.1 Procedimiento de instalación

El conjunto de programas que ejecuta el dispensado automático esquematizado en la figura 2 se instala sobre una computadora personal con los siguientes requisitos y de acuerdo al siguiente procedimiento.

2.1.1 Requisitos mínimos

Los requisitos mínimos en la computadora huésped son:

- Procesador Centrino Duo.
- 1MB de RAM.
- 1MB de espacio en disco duro.
- 2 puertos USB 2.0.
- 1 Puerto serie RS232 o convertidor de RS232 a USB.
- Windows XP Profesional de 32 bits.
- Despliegue gráfico de 1024X768.

Otros requisitos para completar el hardware de la figura 2 son:

- Dispensador MicroLab 500 con accesorios (mangueras, jeringas, válvulas y adaptadores).
- Tarjeta de adquisición de señales Futek DAQ-0311 y su disco de instalación.
- Equipo monitor con salida analógica de 1Vp (Medidor de conductividad, PH, etc).

2.1.2 Instalación del software

La instalación del software se divide en los siguientes ámbitos:

Instalación de la tarjeta Futek DAQ-0311

Para esta instalación se requiere la tarjeta DAQ-0311 y el CD que distribuye el fabricante. En particular se requiere ejecutar el programa y FTezDAQ-setup-2.0.exe y seguir el procedimiento tal como se describe en [Futek, 2012]. Como parte de este procedimiento, se instala el programa FTezDAQ-2.0 que puede ser utilizado con fines de verificación.

Instalación de los componentes software

Se requiere la instalación de dos componentes software conocidos como controles ActiveX.

Para instalar el primer control ActiveX que proporciona las gráficas de la interface de usuario:

- Ingresar Windows con privilegios de administrador.
- Copiar el archivo ntgraph.ocx que se encuentra en la carpeta Programa\ControlesActiveX del CD anexo al presente informe, al directorio c:\windows\system32 de la computadora anfitriona.
- Abrir una consola de Windows y localizarse en el directorio de instalación mediante el comando "cd c:\windows\system32" y enter.
- Una vez localizado en el directorio de instalación teclear el siguiente comando en la misma consola de Windows "regsvr32 ntgraph.ocx" y enter.
- El sistema operativo deberá indicar la exitosa instalación del componente. De forma contraria, repetir el procedimiento asegurándose que se cuenta con privilegios de administrador y que no existan firewalls que bloquean el proceso.

Para instalar el segundo control ActiveX que proporciona la comunicación serie RS232 de la interface de usuario, se debe proceder como se describió para el componente anterior pero cambiar el archivo ntgraph.ocx por mscomm32.ocx.

Instalación del programa Titrate

Para instalar el programa que automatiza el proceso de dispensado:

- Ingresar Windows con privilegios de administrador.
- Copiar todos los archivos que se encuentran en la carpeta Programa\Instalacion del CD anexo al presente informe, al directorio de preferencia en la computadora anfitriona, por ejemplo c:\Titrate.
- Para comprobar la correcta instalación, configure el hardware como se muestra en la figura 2, ejecute el archivo Titrate.exe y observe que en la pantalla aparecen las áreas destinadas a las gráficas y el voltaje del equipo monitor como se muestra en la figura 6. Con esto se comprueba que los controles ActiveX y la tarjeta Futek DAQ-0311 se instalaron correctamente.

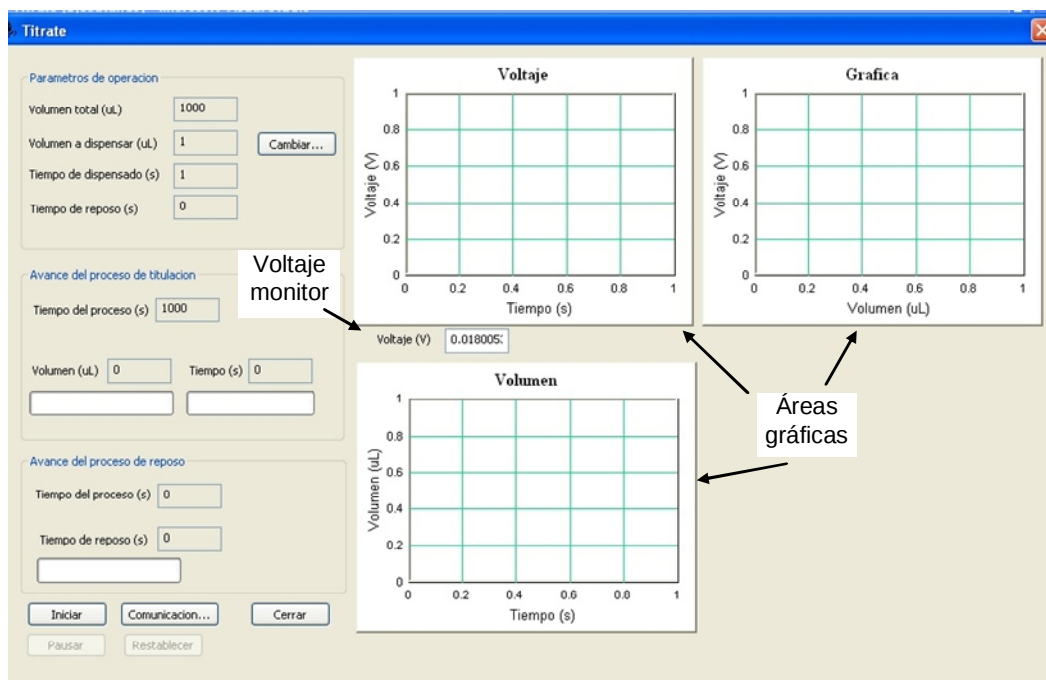


Figura 6. Pantalla de inicio del programa Titrate.

- Para el caso en que la computadora anfitriona no tenga puerto RS232 DB9 disponible, existen diversas opciones para adquirir uno [Stereon, sin fecha]. Instale el dispositivo siguiendo las instrucciones del fabricante. Asegúrese que en el "Administrador de dispositivos" de Windows, el puerto de comunicaciones se haya instalado correctamente, como se muestra en la figura 7.
- Finalmente, previo a la correcta ejecución del programa Titrate que se muestra en la figura 6, pudieran aparecer algunas ventanas que indican configuraciones erróneas, las cuales se describirán a continuación.

2.2 Descripción del software en el ámbito del operador

En esta sección se describe el software para el dispensado automático, llamado Titrate, especificado en la sección 1.2.1 y las posibles causas que pueden impedir su buen funcionamiento.

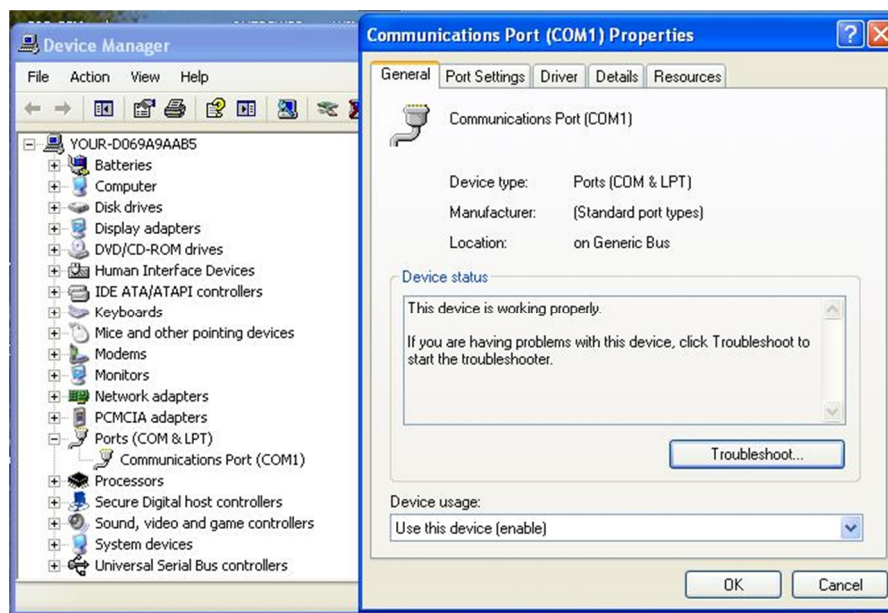


Figura 7. COM1 en el administrador de dispositivos.

2.2.1 Consideraciones previas

Existen tres situaciones que impiden la ejecución correcta del software para el dispensado automático:

1. Los controles ActiveX no se han instalado correctamente. Bajo esta condición, al iniciar el programa Titrate.exe aparecerá la pantalla de la figura 8 y no será posible ingresar a la pantalla principal. Para remediar el error, repita el procedimiento de instalación de los componentes software descrito en la sección 2.1.2.

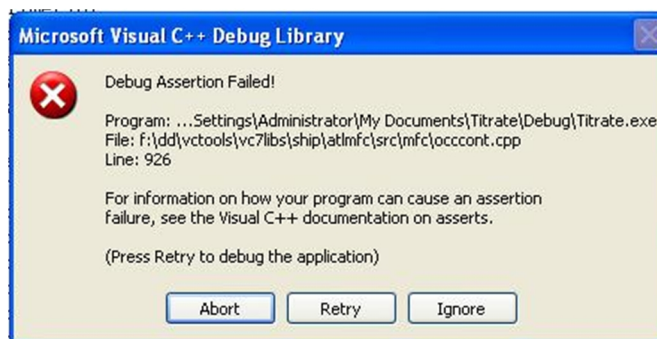


Figura 8. Instalación incorrecta de los componentes software.

2. La tarjeta DAQ-0311 no se ha instalado correctamente. Bajo esta condición, al iniciar el programa Titrate.exe aparecerá la pantalla de la figura 9. No obstante, al presionar el botón "OK" será posible ingresar a la pantalla principal de programa Titrate pero el registro de voltaje del equipo monitor será deshabilitado. Para remediar el error, asegúrese que el software de operación de la tarjeta, llamado "FTezDAQ-2.0 Data Acquisition Software" no se encuentre en ejecución. Otra opción puede ser repetir el procedimiento de instalación de la tarjeta Futek DAQ-0311 descrito en la sección 2.1.2 y asegurarse que todos los archivos de la carpeta Programa\Instalacion del CD anexo al presente informe, han sido copiados al directorio de preferencia en la computadora anfitriona, por ejemplo c:\Titrate.



Figura 9. Instalación incorrecta de la tarjeta Futek DAQ-0311.

3. El puerto de comunicaciones Serie RS232 presenta problemas. Bajo esta condición, al iniciar el programa Titrate.exe aparecerá la pantalla de la figura 10. Para remediar el error, repita el procedimiento de instalación del programa Titrate descrito en la sección 2.1.2 y asegúrese que existe un puerto COM de comunicaciones valido en el "Administrador de dispositivos" de Windows, como se muestra en la figura 7. En forma adicional, si existe un puerto COM valido numerado, éste se puede configurar posteriormente presionando el botón "OK" e ingresando a la pantalla principal del programa Titrate, como se describe en la siguiente sección.



Figura 10. Instalación o configuración incorrecta del puerto de comunicaciones.

2.2.2 Descripción de la pantalla principal

La figura 11 muestra la pantalla principal del programa para el dispensado automático de acuerdo al esquema hardware planteado en la sección 1.1 y al procedimiento de dispensado descrito en la sección 1.2.1, llamado Titrate.

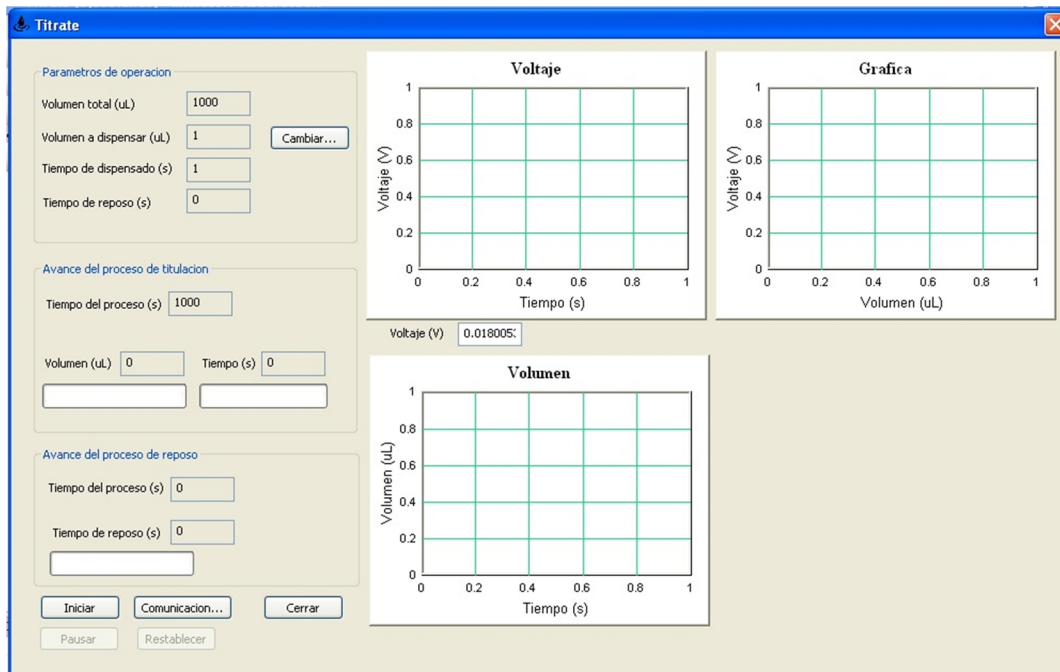


Figura 11. Pantalla principal del programa Titrate.

La pantalla de la figura 11 está dividida en las siguientes secciones de las cuales se describe su funcionalidad.

Grupo de controles “Parámetros de operación”. En esta sección se despliegan los parámetros por omisión con los cuales operará el proceso de dispensado, es decir, el volumen total de dispensado, el volumen a dispensar paso por paso, el tiempo de dispensado entre paso y paso y el tiempo de reposo que se puede requerir con fines de estabilización al final del proceso de dispensado. Estos parámetros por omisión se pueden modificar, dependiendo de los requisitos del usuario, al presionar el botón “Cambiar...”. La caja de diálogo para modificar los parámetros de operación se muestra en la figura 12.

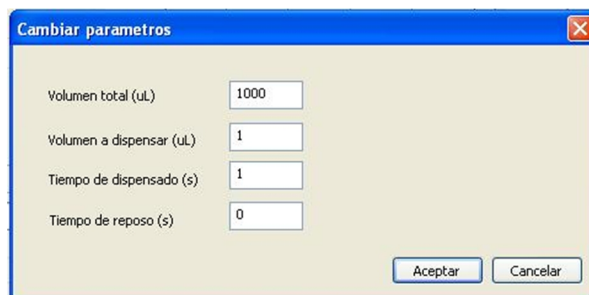


Figura 12. Caja de diálogo para modificar los parámetros de operación.

Grupo de indicadores “Avance del proceso de titulación”. En esta sección se despliega el avance del proceso de dispensado, ya que éste puede durar varios minutos. Se despliega numéricamente el tiempo total que consumirá el proceso, el volumen actual que ha sido dispensado tanto de forma gráfica como numérica y el tiempo actual que se ha invertido en el proceso de forma gráfica y numérica.

Grupo de indicadores “Avance del proceso de reposo”. Una vez finalizado el proceso de titulación, esta sección se utiliza para desplegar el avance del proceso de reposo. Se despliega el tiempo total que consumirá el proceso de forma numérica y el tiempo actual que ha consumido el proceso de reposo en forma numérica y gráfica.

Botón “Iniciar”. Una vez establecidos los parámetros de operación, este botón inicia la titulación de manera automática. Primero se solicita el nombre del archivo en donde se almacenarán los resultados del proceso (registros de tiempo, volumen y voltaje), figura 13. Posteriormente, se deberán aceptar consecutivamente las confirmaciones que se muestran en la figura 14.

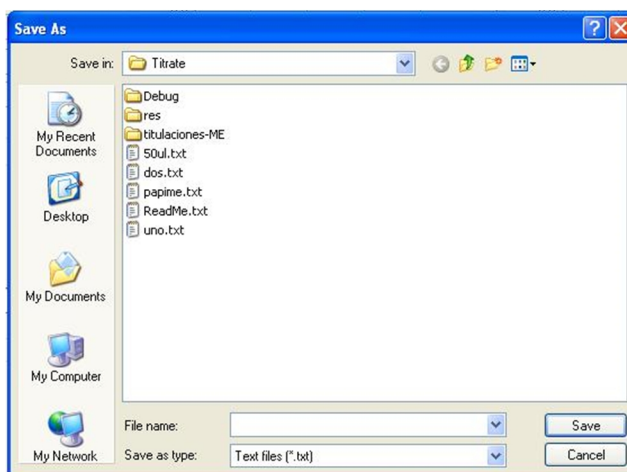


Figura 13. Caja de diálogo para ingresar el nombre del archivo de texto que contendrá los resultados del proceso de titulación.



Figura 14. Confirmaciones para iniciar el proceso de dispensado automático.

Botón “Comunicación”. Mediante este botón se despliega la caja de diálogo para configurar el puerto de comunicaciones serie RS232, como se muestra en la figura 15. Es conveniente que se acepten los parámetros por omisión que despliega la aplicación a excepción del “Puerto” que dependerá del número asignado por el administrador de dispositivos de Windows. Una vez configurado correctamente el puerto de comunicaciones, se desplegará la confirmación de la figura 16. Esta confirmación es importante ya que de esto depende que haya comunicación entre la computadora y el dispensador MicroLab.



Figura 15. Parámetros de comunicación.



Figura 16. Puerto de comunicaciones configurado apropiadamente.

Botón “Cerrar”. Cierra la aplicación.

Botón “Pausar”. Una vez presionado el botón “Iniciar” y estando en desarrollo el proceso de titulación, al presionar éste botón el proceso se detendrá y el programa permanecerá al pendiente de la siguiente selección del usuario que podrá ser restablecer el proceso o cerrar.

Botón “Restablecer”. Una vez presionado el botón “Pausar”, éste botón reinicia el proceso automático de dispensado a partir de los últimos datos reportados precisamente cuando se presionó el botón “Pausar”.

Caja de texto “Voltaje”. En ésta caja de texto, se despliega en todo momento el voltaje analógico que se obtiene del equipo monitor mediante la tarjeta de adquisición DAQ-0311.

Sección de despliegue gráfico. Se despliegan tres gráficas ilustrativas del proceso de titulación: voltaje del equipo monitor contra tiempo, voltaje del equipo monitor contra volumen dispensado y volumen dispensado contra tiempo.

2.3 Descripción del software en el ámbito del programador

El software para la automatización del dispensado, llamado Titrate, es un proyecto para Visual Studio 2008. Se construyó sobre la base de la MFC [Kruglinski et al, 1988] en una caja de diálogo utilizando lenguaje de programación C++. La figura 17 muestra la vista de clases del proyecto de programación Titrate.

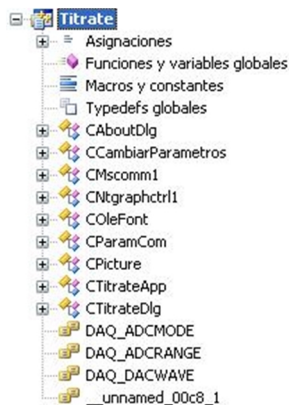


Figura 17. Vista de clases del proyecto Titrate.

Algunas de las clases que conforman el proyecto Titrate son creadas de diferentes formas:

- Las creadas automáticamente por el ambiente de desarrollo cuando se crea un nuevo proyecto: CAboutDlg, CTitrateApp y CTitrateDlg.
- Las creadas cuando se insertan los controles ActiveX en el editor de recursos: CNtgraphctrl1, CPicture y CFont para el control mscomm32.ocx y CMscomm1 para el control mscomm.ocx.
- Y las creadas para manejar el cambio de parámetros de operación mediante cajas de diálogo: CCambiarParametros y CParamCom.

El proyecto completo se encuentra en el CD anexo al presente informe en el directorio CodigoFuente/Titrate. A continuación, una descripción detallada de las clases.

2.3.1 Clases insertadas por los controles ActiveX

Para utilizar los recursos del puerto serie y despliegue gráfico, se utilizan dos componentes software, también conocidos como controles ActiveX.

En particular el control mscomm32.ocx permite el acceso al puerto serie y la transferencia de datos (envío y recepción). Se inserta en el editor de recursos cuando se diseña gráficamente la apariencia de la aplicación y se crea la clase CMscomm1 que permite acceder a las funciones de personalización de la apariencia y manejo de datos. La clase de este control no requiere modificaciones en su código fuente ya que ha sido depurada ampliamente y por lo tanto no requiere de explicación en el presente informe. Para mayor información se puede consultar la referencia [Ceballos, 1999].

Por otra parte, el control ntgraph.ocx facilita la graficación de datos bidimensionales. También se inserta en el editor de recursos cuando se crea la aplicación y a su vez crea las clases CNtgraphctrl1, COleFont, CPicture que permiten acceder a las opciones de personalización y despliegue de datos. De igual

manera, el código fuente de este control no fue afectado por la presente aplicación y se puede consultar la referencia [Code Project, 2003] para mayor información.

2.3.2 Clase CAboutDlg

La clase CAboutDlg implementa las funciones que se muestran en la figura 18 y se describen a continuación.

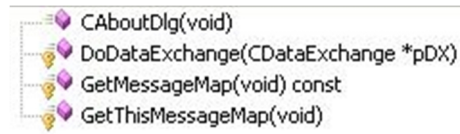


Figura 18. Clase CAboutDlg.

CAboutDlg(); Es el constructor estándar de la clase. No contiene código alguno ya que la clase se utiliza en la aplicación solamente con fines informativos.

virtual void DoDataExchange(CDataExchange* pDX); Establece la compatibilidad para el intercambio de variables entre diálogos mediante DDX/DDV. Hereda la funcionalidad de su clase antecesora CDialog.

GetMessageMap(void) y GetThisMessageMap(void); Declaran un mapa de mensaje vacío ya que el diálogo no atiende mensajes.

2.3.3 Clase CCambiarParametros

La clase CCambiarParametros implementa las funciones que se muestran en la figura 19 y se describen a continuación.

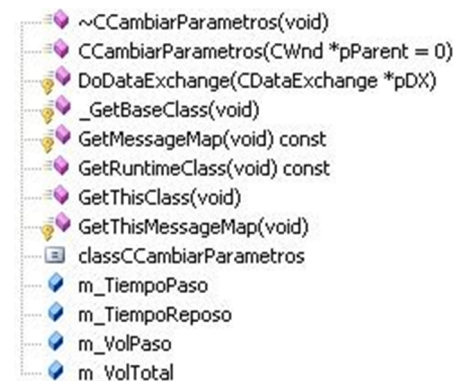


Figura 19. Clase CCambiarParametros.

CCambiarParametros(CWnd* pParent = NULL); Es el constructor estándar de la clase. Inicia los valores por omisión que se desplegarán en la caja de diálogo “Cambiar parámetros” de la figura 12.

virtual ~CCambiarParametros(); Es el destructor estándar de la clase. No contiene código alguno.

virtual void DoDataExchange(CDataExchange* pDX); Establece la compatibilidad para el intercambio de variables entre diálogos mediante DDX/DDV. Hereda la funcionalidad de su clase antecesora CDialog

_GetBaseClass(void), GetRuntimeClass(void) y GetThisClass(void); Añaden el acceso a la información de la clase en tiempo de ejecución.

GetMessageMap(void) y GetThisMessageMap(void); Declaran un mapa de mensaje vacío ya que el diálogo no atiende mensajes.

2.3.4 Clase CParamCom

La clase CParamCom implementa las funciones que se muestran en la figura 20 y se describen a continuación.

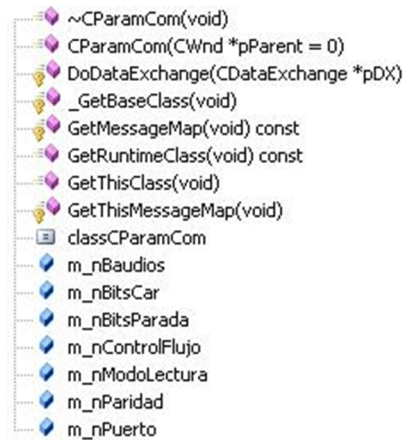


Figura 20. Clase CParamCom.

CParamCom(CWnd* pParent = NULL); Es el constructor estándar de la clase. Inicia los valores por omisión que se desplegarán en la caja de diálogo “Parámetros de comunicación” de la figura 15.

virtual ~CParamCom(); Es el destructor estándar de la clase. No contiene código alguno.

virtual void DoDataExchange(CDataExchange* pDX); Establece la compatibilidad para el intercambio de variables entre diálogos mediante DDX/DDV. Hereda la funcionalidad de su clase antecesora CDialog

_GetBaseClass(void), GetRuntimeClass(void) y GetThisClass(void); Añaden el acceso a la información de la clase en tiempo de ejecución.

GetMessageMap(void) y GetThisMessageMap(void); Declaran un mapa de mensaje vacío ya que el diálogo no atiende mensajes.

2.3.5 Clase CTitrateApp

La clase CTitrateApp implementa las funciones que se muestran en la figura 21 y se describen a continuación.

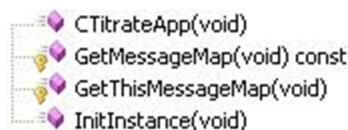


Figura 21. Clase CTitrateApp.

CTitrateApp(); Es el constructor estándar de la clase. No contiene código alguno.

virtual BOOL InitInstance(); Establece la inicialización estándar de la caja de diálogo principal de la aplicación “Titrato” de la figura 11. Maneja el evento que se ejecuta al presionar el botón “Cerrar” finalizando la aplicación.

GetMessageMap(void) y GetThisMessageMap(void); Declaran un mapa de mensaje vacío ya que el diálogo no atiende mensajes.

2.3.6 Clase CTitratoDlg

La clase CTitratoDlg implementa las funciones que se muestran en la figura 22 y se describen a continuación.

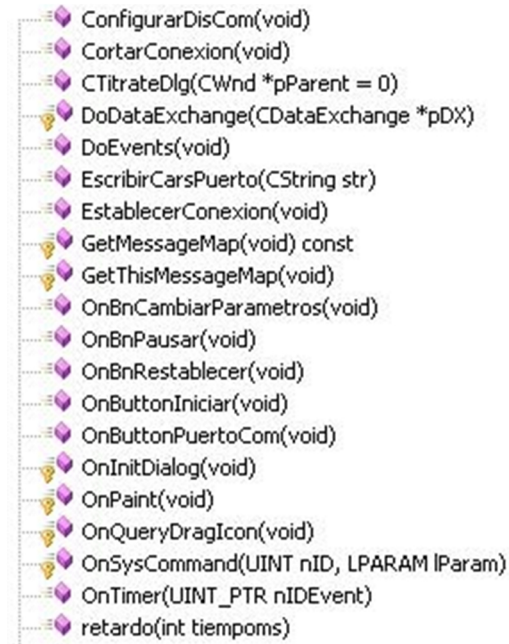


Figura 22. Clase CTitratoDlg.

void ConfigurarDisCom(void); Establece los parámetros de comunicación del puerto serie al asignar los valores de los parámetros de comunicación a la variable que accede al control ActiveX, m_MSComm1.

bool CortarConexion(void); Termina la conexión con el puerto serie y atiende cualquier mensaje pendiente.

CTitratoDlg(CWnd* pParent = NULL); Es el constructor estándar de la clase. Inicia los valores por omisión que se desplegarán en la pantalla principal y variables globales.

virtual void DoDataExchange(CDataExchange* pDX); Establece la compatibilidad para el intercambio de variables entre diálogos mediante DDX/DDV. Hereda la funcionalidad de su clase antecesora CDialog.

void DoEvents(void); Permite al sistema operativo atender mensajes de Windows mientras la aplicación está en ejecución.

bool EscribirCarsPuerto(CString str); Escribe la cadena str en el puerto serie para su transmisión.

bool EstablecerConexion(void); Abre el puerto de comunicaciones, configura el dispositivo mediante la función ConfigurarDisCom e inicia los buffers de transmisión y recepción.

GetMessageMap(void) y GetThisMessageMap(void); Declaran el mapa de mensaje que generan los controles de la caja de diálogo "Titrate" y el temporizador de Windows que se utiliza para refrescar el despliegue de la misma caja de diálogo.

afx_msg void OnBnCambiarParametros(); Atiende el evento por presionar el botón "Cambiar..." del grupo de controles "Parámetros de operación". Despliega la caja de diálogo "Cambiar parámetros" en donde se pueden cambiar los valores de operación del proceso de dispensado.

afx_msg void OnBnPausar(); Atiende el evento por presionar el botón "Pausar". Habilita el botón "Restablecer" y deshabilita los botones "Iniciar" y "Pausar".

afx_msg void OnBnRestablecer(); Atiende el evento por presionar el botón "Restablecer". Habilita el botón "Pausar" y deshabilita los botones "Iniciar" y "Restablecer".

afx_msg void OnButtonIniciar(); Despliega la caja de diálogo "Abrir archivo" para guardar las mediciones en archivo de texto. Inicia la apariencia de los controles de la aplicación incluyendo las gráficas. Inicia las variables que controlan el progreso del proceso de dispensado. Envía las cadenas de texto (1), (2) y (3) por puerto serie para iniciar la comunicación con el dispensador MicroLab. Espera por las confirmaciones de purgado, de llenado de jeringa e inicio del dispensado automático.

afx_msg void OnButtonPuertoCom(); Atiende el evento por presionar el botón "Comunicación...". Despliega la caja de diálogo "Parámetros de comunicación" en donde se pueden cambiar los valores de operación del puerto serie.

virtual BOOL OnInitDialog(); Agrega a la aplicación la caja de diálogo "Acerca de". Establece el tipo de icono de la aplicación. Establece la apariencia de las gráficas. Inicia la tarjeta DAQ-0311. Inicia un timer o temporizador cada 250ms para refrescar el despliegue de la pantalla principal y el control del proceso de dispensado. Establece la conexión inicial con el puerto serie de comunicaciones.

afx_msg void OnPaint(); Establece el contexto de dispositivo para dibujar sobre la aplicación. No usado.

afx_msg HCURSOR OnQueryDragIcon(); El sistema llama a esta función para obtener el cursor que se muestra mientras el usuario arrastra la ventana minimizada.

afx_msg void OnSysCommand(UINT nID, LPARAM lParam); Atiende el evento que genera la caja de diálogo "Acerca de".

afx_msg void OnTimer(UINT_PTR nIDEvent); Atiende el evento por interrupción del timer o temporizador. Es el método que soporta la mayoría de la funcionalidad de la aplicación. En esencia, implementa el ciclo del diagrama de flujo de la figura 4 en tiempo real. Administra el despliegue de las gráficas y el registro de los datos de tiempo, volumen y voltaje en archivo de texto. Ejecuta el dispensado de manera controlada a través del envío de la cadena de texto (4).

void retardo(int tiempoms); Es una función de retardo de duración tiempoms.

2.4 Procedimiento típico para operar el sistema

1. Configurar el arreglo experimental como se muestra en la figura 23. Sobre esta configuración, realizar las conexiones eléctricas de la figura 24, según se disponga de puerto serie o no en la computadora. Se recomienda que el cable USB sea el proporcionado por el fabricante de la tarjeta de adquisición. Se recomienda enfáticamente que el cable RS232 sea el que se describe en el anexo A. El par de cables para la salida analógica del medidor de potencial puede ser cualquier conductor de cobre. En caso de requerir convertidor serie a USB, consulte la información del fabricante.
2. Encender, en orden secuencial, el medidor de potencial, el dispensador y finalmente la computadora.

3. Ejecutar el programa Titrate y verificar que no existan las tres situaciones que impiden la ejecución correcta del software para el dispensado automático descritas en la sección 2.2.1.

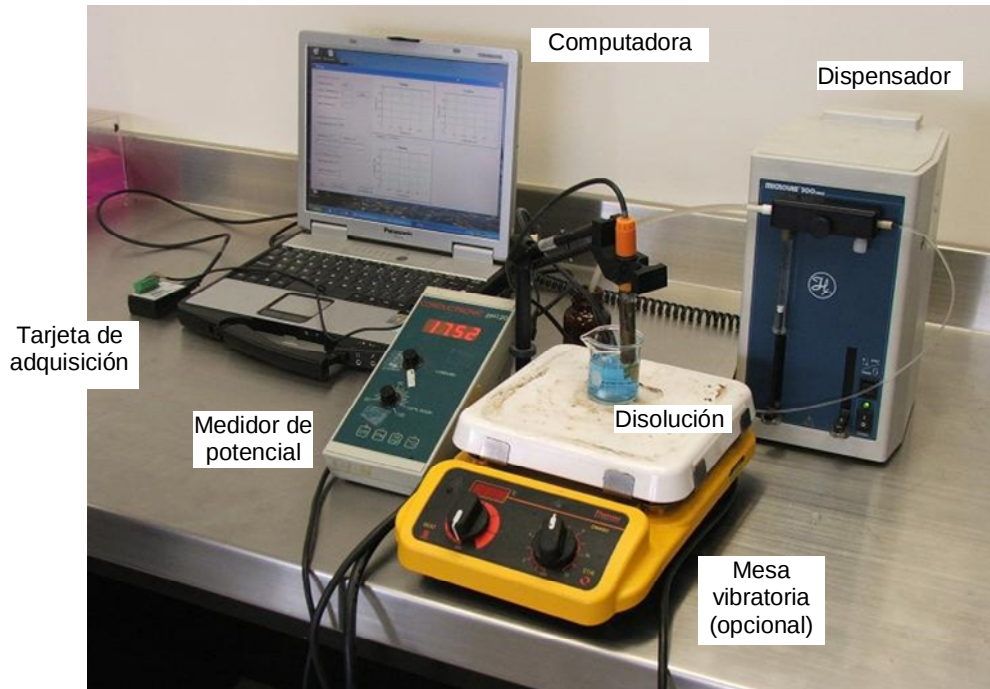


Figura 23. Arreglo experimental.

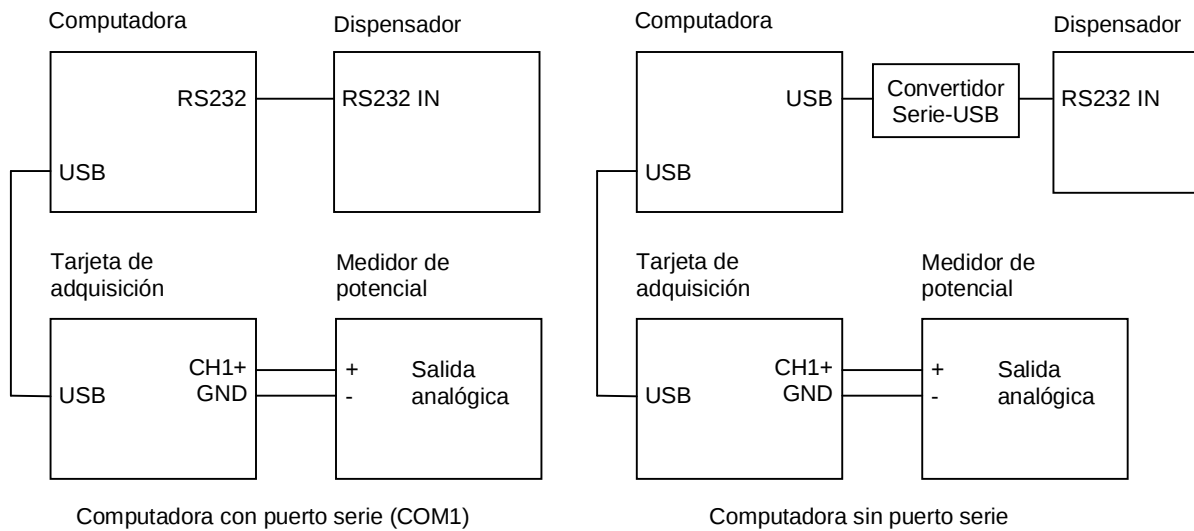


Figura 24. Conexiones eléctricas.

4. Presionar el botón "Prime" en el dispensador para eliminar las brechas de aire en las mangueras que transportan la disolución.
5. Ajuste el equipo medidor de potencial para operar dentro del alcance de medición de 0 a 1V en la salida analógica.
6. Ajuste los parámetros del proceso de dispensado al presionar el botón "Cambiar..." del programa Titrate.
7. Presione el botón "Iniciar" del programa Titrate para comenzar el proceso de dispensado automático, asigne un nombre de archivo a las mediciones y acepte las tres pantallas de alerta

mostradas en la figura 14. Posteriormente solo es necesario monitorear ocasionalmente el proceso para verificar su avance.

8. Una vez finalizado el proceso, respalde el archivo de mediciones y presione el botón "Cerrar" para terminar la ejecución del programa Titrate.
9. Apague los equipos del arreglo experimental y si es necesario desconecte.

3 Resultados y discusión

El resultado principal es el desarrollo del programa Titrate. En forma adicional se realizaron pruebas que verifican su correcto desempeño utilizando equipo de medición comercial.

3.1 Resultados

Se desarrolló el software que automatiza el proceso de titulación de disoluciones que se muestra en la figura 25.

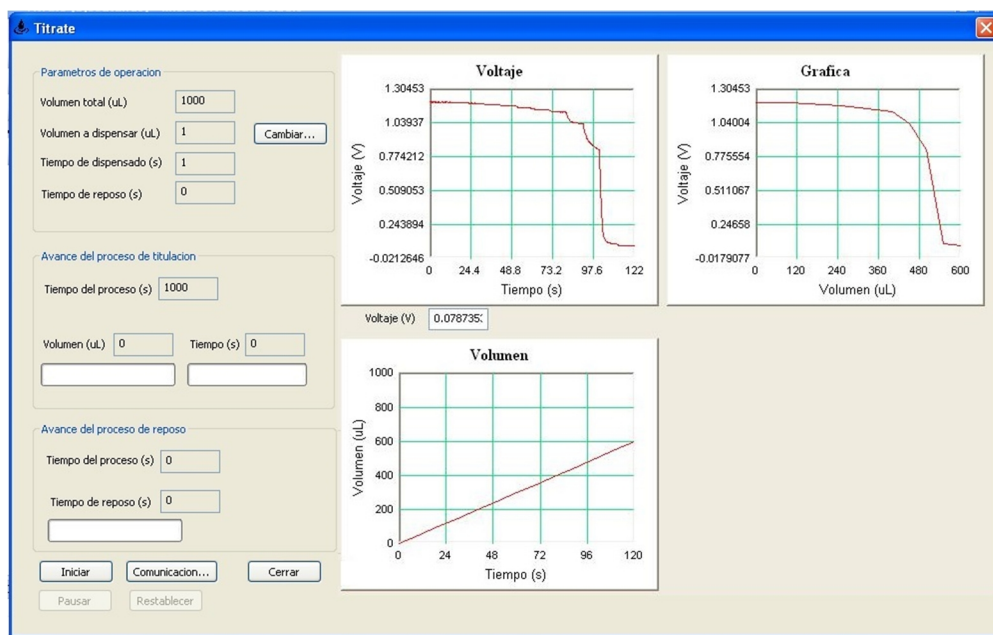


Figura 25. Programa para realizar titulaciones automáticas.

3.1.1 Sistema automatizado

Se implementó el sistema automatizado para realizar titulaciones en tiempo real con los elementos descritos en el presente informe como se muestra en la figura 26.

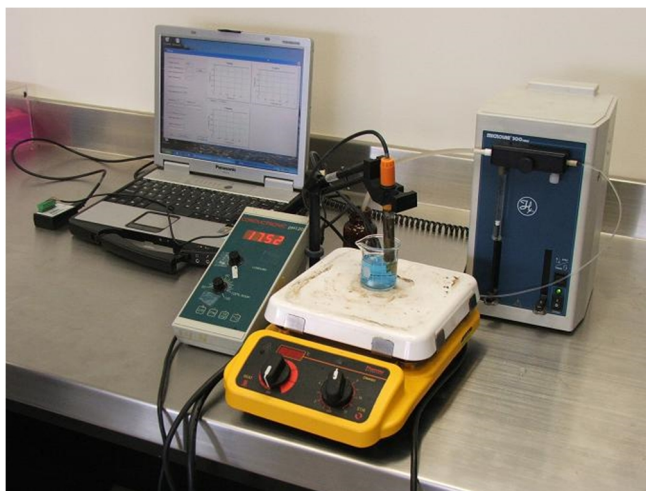


Figura 26. Sistema automatizado para realizar titulaciones automáticas.

3.1.2 Experimento del Laboratorio de Química

Con el sistema automatizado se desarrolló un experimento de titulación de una base fuerte ($\text{NaOH}=0.1\text{mol/L}$) con un ácido fuerte ($\text{HCl}=0.1\text{mol/L}$) en presencia de indicador verde de bromocresol. Esta titulación se realiza en los cursos de Química Analítica Experimental con el objeto de conocer la concentración de ácidos y bases fuertes. En cursos avanzados esta valoración se realiza para validación de procedimientos, material volumétrico y/o equipo de medición. Este sistema se propone para usarse en los laboratorios de licenciatura donde se utilizan más de 50 litros por semestre de este tipo de reactivos. El confinamiento de los residuos peligrosos es aún mayor. El costo de reactivos y su confinamiento implican un gasto bastante elevado para la Facultad de Química. Con el uso de este sistema se podrán utilizar cantidades menores (20 a 50 veces) ahorrándose un gran porcentaje en el confinamiento de estos reactivos. Esto representa un gran avance en el aspecto ecológico.

En la figura 27 se muestra una gráfica representativa de una titulación y el procesamiento de ésta para conocer el punto final de la valoración. Las líneas azules muestran la forma gráfica de obtención del volumen del punto de equivalencia. El inserto muestra el tratamiento de los datos confirmando el punto de equivalencia.

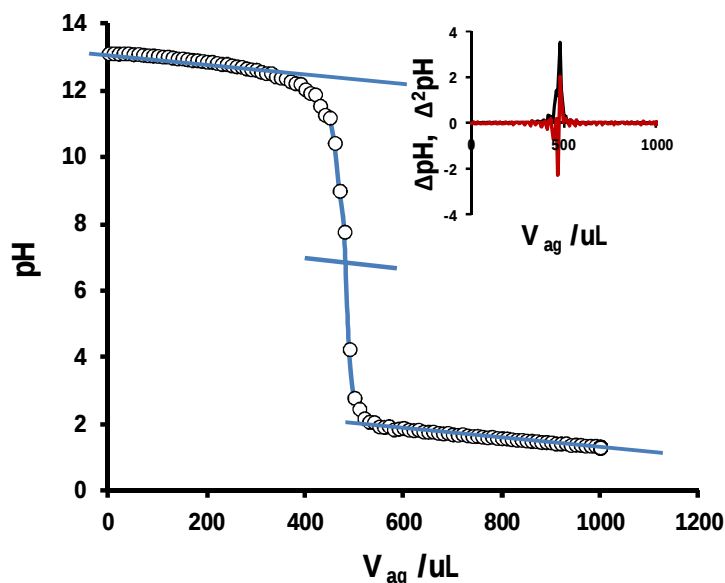


Figura 27. Curvas de titulación de hidróxido de sodio con ácido clorhídrico. El inserto muestra la primera (línea negra) y la segunda derivada (línea roja).

3.2 Trabajo a futuro

Se plantea como trabajo a futuro la actualización del enfoque adoptado de acuerdo con los avances tecnológicos recientes. En primer lugar, el advenimiento de nuevos sistemas operativos (Windows 8 o 10) implica la actualización del programa Titrate. En segundo lugar, se piensa incorporar una tarjeta de adquisición de señales más robusta que se ejecute en estos nuevos sistemas operativos. Finalmente, la desaparición inminente del puerto serie RS232 de comunicaciones traerá como consecuencia que los dispensadores comerciales incorporen nuevas tecnologías de comunicación con computadoras y por lo tanto la adaptación del enfoque adoptado en el presente proyecto.

Conclusiones

Se presentó un sistema hardware y software que automatiza el proceso de preparación de disoluciones que son utilizadas en los diversos laboratorios de química en el nivel de licenciatura. Los experimentos realizados demuestran que las disoluciones se preparan utilizando eficientemente los materiales base y mantienen consistencia con respecto al proceso manual. En el desarrollo de las prácticas los autores se percataron de dos aspectos fundamentales en la formación de los profesionistas. La primera es que se despierta el interés de los alumnos por la instrumentación virtual con base en una computadora. La segunda es que el desarrollo de la práctica se vuelve más dinámico y el enfoque del alumno se centra en observar el comportamiento en tiempo real de las reacciones, ya que el software así lo permite.

Agradecimientos

Al proyecto PAPIME PE207915 "Adaptación de un dispensador comercial para preparar disoluciones estándar y realizar titulaciones automáticas en el laboratorio de Química Analítica" por el apoyo y financiamiento recibidos.

Anexo A

Cable de interconexión

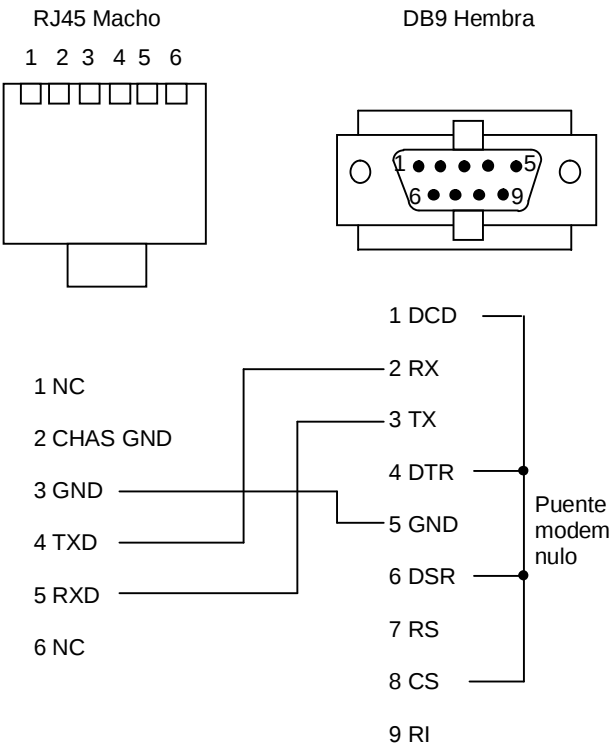


Figura 28. Cable RS232.

Referencias

Ceballos F J. (1999) *Microsoft Visual C++6 Programación Avanzada en Win32*. Alfaomega, México, 852 pp.

Code Project (2003), *2D Graph ActiveX Control*, [En línea], obtenida de <http://www.codeproject.com/Articles/3214/D-Graph-ActiveX-Control>. [Accedida el 4/08/15].

Futek. (2011) *DAQDriver Programmer's Guide*. Futek Instruments, USA, 16 pp.

Futek. (2012) *FT_ez_DAQ User's Manual*. Futek Instruments, USA, 27 pp.

Guevara B J C, Luengas C L. (2010) Virtual Laboratory for Supporting Chemistry Learning and Practicing. *IEEE EDUCON Education Engineering*. p.1949-1954.

Hamilton. (1999) *Microlab 500B/C User's Manual*. Hamilton Company, USA, 211 pp.

Kruglinski DJ, Shepherd G y Wingo S. (1988) *Programming Microsoft Visual C++*. Microsoft Press, USA, 1153 pp.

Rajagopalan S, Sharma S J, Ghodki V M. (2010) Design of Virtual Instrumentation for Density Measurement. *International Journal of Applied Engineering Research*, 1(3), p.611.

Steren (sin fecha), *Adaptador de USB a serial USB-SER*, [En línea], obtenida de <http://www.steren.com.mx/catalogo/prod.asp?p=3727>. [Accedida el 4/08/15].