

RESUM

El projecte que es presenta en aquest document, té com a finalitat l'estudi del comportament en l'eliminació de compostos orgànics en efluents industrials o en aigües subterrànies, a través de barreres permeables basades en resines impregnades amb extractants bàsics o amb solvatants.

Per a poder realitzar una bona eliminació dels compostos orgànics, s'ha realitzat un disseny i dimensionament de l'equipament de laboratori necessari per a poder realitzar el tractament d'aigües industrials o subterrànies a escala de laboratori. Amb aquest disseny, es vol obtenir un conjunt versàtil, fiable i de fàcil ús per a l'estudi de la cinètica de diferents processos d'adsorció mitjançant columnes, per poder avaluar, de forma ràpida i eficaç, els principals paràmetres d'eliminació i simular escenaris de circulació dels contaminants en medis adsorbents.

Paral·lelament, s'ha realitzat la implementació d'un programari que permeti la gestió conjunta de tot el sistema. Aquesta eina informàtica ha de ser capaç de facilitar el seguiment i control de l'experiment, així com la gestió posterior dels resultats obtinguts.

Per últim, un cop s'ha comprovat que el sistema funciona a escala de laboratori (o en proves pilot), comparant-lo amb altres resultats de referència ja contrastats, s'han realitzat dos experiments d'adsorció de compostos fenòlics amb dues resines diferents: la resina catiònica MN200 i la resina aniònica XZ-91419.





SUMARI

RESUM	1
SUMARI	3
2. INTRODUCCIÓ	8
2.1. Objectius del projecte	8
2.2. Abast del projecte	8
3. PROBLEMÀTICA DE LA CONTAMINACIÓ DE L'AIGUA	10
3.1. Els compostos orgànics fenòlics	11
3.1.1. El fenol	11
3.1.2. El pentaclorofenol	12
3.2. Necessitat de reduir la càrrega de contaminants en les aigües residuals	13
3.3. Impactes ambientals de les aigües residuals	13
3.4. Breu descripció de la legislació d'aigües actuals	14
3.5. Marc legal de la contaminació d'aigua	15
3.6. Tecnologies actuals de tractament d'aigües subterrànies: barreres reactives permeables	16
4. PROCESSOS DE SEPARACIÓ LÍQUID – SÒLID: ADSORCIÓ	20
4.1. Introducció	20
4.2. Factors que influeixen en l'adsorció	21
4.3. Equilibri d'adsorció	22
5. DISSENY DEL SISTEMA EXPERIMENTAL	26
5.1. Disseny d'un equip de laboratori per a un sistema en columna	26
5.2. Avantatges tècniques de l'automatització	31
5.3. Disseny d'un programari per a un sistema automàtic en continu	31
5.3.1. Introducció	31
5.3.2. Estructura	32
5.3.2.1. Interfície	32
5.3.2.2. Base de dades	32
5.3.2.3. Control i connexió amb els aparells	32
5.3.2.4. Resultats i resum de l'experiment	33
5.3.3. Disseny de la interfície	33
5.3.3.1. Manteniments	33



5.3.3.2. Manteniments de l'experiment	33
5.3.3.3. Configuració de l'experiment.....	34
5.3.3.4. Control de l'experiment	35
5.3.3.5. Resultats de l'experiment.....	37
5.3.4. Disseny de la base de dades	38
5.3.4.1. Esquema de la base de dades	38
5.3.5. Control i connexió amb els aparells	39
5.3.5.1. GSIOC	39
5.3.5.2. NI-DAQ	39
5.3.5.3. Funció de prendre una mostra.....	39
6. MUNTATGE I AUTOMATITZACIÓ	43
6.1. Aspectes tècnics sobre el muntatge del sistema al laboratori	43
7. AVALUACIÓ ECONÒMICA DEL PROJECTE. PRESSUPOST	53
7.1. Costos derivats dels recursos humans	53
7.2. Costos derivats de la part experimental.....	54
7.3. Altres costos	56
7.4. Cost total del projecte.....	57
CONCLUSIONS	59
AGRAÏMENTS	62
BIBLIOGRAFIA	64
Referències bibliogràfiques	64
Pàgines web	65
Bibliografia complementària	65



ÍNDIX DE FIGURES

Figura 3.1. Representació esquemàtica d'una barrera reactiva permeable interceptant un plomall de contaminació	16
Figura 4.1. Model d'adsorció dins d'una partícula porosa	20
Figura 5.1. Esquema de funcionament intern del programa	36
Figura 5.2. Estructura de la base de dades	38
Figura 6.1. Vista superior de les escletxes per situar les safates metàl·liques	43
Figura 6.2. Vista frontal d'un dels agitadors	44
Figura 6.3. Vista dels fusibles abans de ser inserits a pressió	44
Figura 6.4. Situació dels dos cargols d'enclavament del capçal de 8 vies a la bomba	45
Figura 6.5. Col·locació dels tubs calibrats en cada un dels canals abans de prémer el tancament	45
Figura 6.6. Detall de la connexió roscada tija – columna	46
Figura 6.7. Col·locació de les columnes verticalment a la nevera	47
Figura 6.8. Connexió a detall d'una electrovàlvula	47
Figura 6.9. Rack número 21 del fabricant Gilson ple de tubs de mostres	48
Figura 6.10. Tub de rebuig del recol·lector (safata i “waste”) cap al bidó inferior	48
Figura 6.11. Muntatge de l'accessori al recol·lector de fraccions	49
Figura 6.12. Col·locació dels connectors de plàstic en els canals de l'accessori	49
Figura 6.13. Connexions del computador amb les electrovàlvules i el sistema bomba – recol·lector	50
Figura 6.14. Muntatge final en el laboratori	51



ÍNDIX DE TAULES

Taula 5.1. Camps que formen els diferents manteniments	33
Taula 5.2. Configuració dels diferents canals	34
Taula 5.3. Primera taula de control de l'experiment	35
Taula 5.4. Segona taula de control de l'experiment	36
Taula 5.5. Numeració dels tubs del mostrejador per al rack 21	40
Taula 5.6. Tubs de posicionament del mostrejador per a 2 canals i rack 21	41
Taula 5.7. Tubs de posicionament del mostrejador per a 3 i 4 canals i rack 21	41
Taula 5.8. Tubs de posicionament del mostrejador per a 5, 6, 7 i 8 canals i rack 21	41
Taula 7.1. Costos derivats dels recursos humans	53
Taula 7.2. Costos derivats de la part experimental	54
Taula 7.3. Altres costos	56
Taula 7.4. Cost total del projecte	57





2. INTRODUCCIÓ

2.1. Objectius del projecte

L'enorme creixement de les indústries que s'ha experimentat en aquest darrer segle ha augmentat, en gran mesura, la demanda actual d'aigua. Per a fer front a aquesta demanda d'aigua, les empreses que s'encarreguen del subministrament i distribució, s'han vist obligades a augmentar els seus punts de captació natural.

Aquest creixement de la demanda, va acompanyat d'un augment de la contaminació de l'aigua després de la seva utilització, fet que provoca la degradació de les reserves naturals, així com, l'agreujament de la disponibilitat d'aquesta. Actualment, les aigües continentals estan contaminades pràcticament en la seva totalitat, per contaminants orgànics, provinents de l'abocament d'efluents de tot tipus de residus: agrícoles, industrials, urbans, etc.

A les indústries d'avui en dia s'ha de disposar de tecnologies que obtinguin el màxim benefici dels recursos hídrics, eliminant els components orgànics que es troben normalment a baixes concentracions. Una bona solució a aquest problema, són els processos d'adsorció amb barreres permeables basades en resines impregnades amb extractants bàsics o amb solvatants, en ser més econòmics que els processos de membrana.

L'objectiu principal d'aquest projecte és dissenyar un sistema i implementar un programari informàtic de manera que es faciliti al màxim l'anàlisi detallada dels processos d'adsorció per a l'eliminació de compostos orgànics tant en les aigües subterrànies com en els efluents industrials.

2.2. Abast del projecte

L'abast del present projecte és definir i validar procediments experimentals i metodològics que permetin facilitar el seguiment i control dels experiments amb compostos orgànics, així com la gestió dels resultats obtinguts, tot a escala de laboratori.





3. PROBLEMÀTICA DE LA CONTAMINACIÓ DE L'AIGUA

Els compostos contaminants poden tenir el seu origen en una àmplia varietat d'activitats industrials, agrícoles, comercials o domèstiques. A més a més, tot compost químic pot desencadenar riscos per a la salut i seguretat dels éssers vius i del medi, si assoleix una concentració donada i l'exposició es perllonga durant el temps suficient perquè pugui desenvolupar els efectes.

Una bona part dels contaminants que fan que un residu sigui perillós es troben en forma líquida o dissolta, pel que un cop es troben a l'ambient, interactuen amb les partícules del sòl al seu pas a través d'ell. A més a més, existeixen una gran quantitat de deixalles en estat sòlid que en descompondre's, i juntament amb la infiltració de l'aigua de la pluja, produeixen lixiviats.

En el cas de les aigües subterrànies, molts cops els aqüífers es troben a grans profunditats o coberts per materials pràcticament impermeables o molt poc permeables, el que fa que els fluids contaminats no arribin a ells. A vegades, també existeixen aqüífers a molt poca profunditat o constituïts per materials fracturats, la qual cosa incrementa la seva vulnerabilitat a la contaminació. Aquest darrer cas implica la contaminació dels recursos hídrics, l'afectació de les cadenes tròfiques i en un context més general, el deteriorament dels recursos naturals i de la qualitat de vida.

És important entendre la manera com certs contaminants penetren, es desplacen i es dispersen en els sistemes d'aigües subterrànies, en especial si es té en compte que quan sigui factible la recuperació d'un aqüífer contaminat, aquesta és extremadament costosa i representa un procés a molt llarg termini; ja que, en ocasions, encara que s'elimini la font de contaminants, el compost queda impregnat en el sòl i s'allibera molt lentament, fet que provoca la formació d'un plomall de contaminant.

Els contaminants que afecten les aigües subterrànies poden classificar-se en dos grans grups: orgànics i inorgànics. Entre els inorgànics els contaminants d'origen metàl·lic són els més estudiats, degut a la seva elevada toxicitat, resistència al medi i elevada mobilitat. Pel que fa als orgànics, destaquen els de síntesi per la seva elevada toxicitat, persistència en el medi, caràcter bioacumulatiu i mobilitat dins dels abocadors.



En aquest projecte s'estudiaran amb més detall els compostos orgànics, especialment els fenòlics, degut a què representen un major risc pels efectes sobre el medi ambient i sobre la salut humana.

Per últim cal destacar, que un correcte tractament de les aigües residuals industrials, agrícoles, comercials, etc. i la seva posterior reutilització per a múltiples usos, contribueix a un consum sostenible de l'aigua i a la regeneració ambiental del domini públic hidràulic i dels seus ecosistemes. No s'ha d'oblidar que l'aigua de qualitat es una matèria primera crítica per a tots els sectors de la societat actual. [CITME, 2006]

3.1. Els compostos orgànics fenòlics

Els compostos fenòlics són un gran grup de compostos que tenen en comú la presència d'un anell aromàtic amb un o més hidroxils a la seva estructura i que poden presentar, a més, altres grups funcionals com per exemple els grups halogenats, esters, èters, etc. Dins d'aquest gran grup, els compostos més importants i per tant estudiats, són el *fenol* i el *pentaclorofenol*.

Aquest tipus de compostos s'alliberen al medi com a conseqüència del seu ús en processos industrials, així com per la seva presència en productes de consum habitual. La persistència d'aquests compostos en les diferents matrius ambientals, així com les transformacions que hi pateixen, depenen principalment de les propietats físiques i químiques de cada grup de derivats.

3.1.1. El fenol

El fenol és un compost manufacturat, que en forma pura és un sòlid blanc incolor, tot i que sovint el producte comercial és un líquid, d'olor desagradable i alquitranada.

Els fenols són compostos d'elevada toxicitat, i les seves vies d'exposició són per ingestió, inhalació, contacte amb la pell i també a través dels ulls. Per inhalació provoca una sensació de cremor, tos, vertigen, mal de cap, nàusees, vòmits i pèrdua del coneixement, entre d'altres, però aquests símptomes no tenen perquè ser immediats. A través de la pell es pot absorbir, donant lloc a cremades cutànies greus, xoc, col·lapse, efecte anestèsic local, convulsions, coma o fins i tot la mort.



En els ulls provoca la pèrdua de visió i, finalment, per ingestió és una substància corrosiva, que causa dolor abdominal, convulsions, diarrea, mal de coll i una coloració fosca de l'orina [www.mtas.es/insht].

Cal destacar que els fenols són també tòxics pels organismes i microorganismes aquàtics, per la qual cosa s'ha de tenir especial cura a l'hora d'abocar-lo.

Pel que fa a les seves aplicacions, el fenol és present en nombrosos processos industrials. El seu ús majoritari és com a intermedi sintètic en la producció de resines fenòliques, però també s'utilitza com a preservador en la manufactura de pells, tèxtils, etc. A més a més, el fenol és també un gran agent desinfectant i bactericida, de manera que és habitual trobar-lo en locions netejadores de la boca, en cremes d'afaitar, etc. També s'ha utilitzat com a plaguicida i intervé com a matèria primera en la producció de certs preparats farmacèutics.

La major part de les emissions de fenol es produeixen a l'atmosfera. Un cop alliberat a l'aire, el fenol pot ser transportat cap a altres matrius, per exemple, a través de l'aigua de la pluja. D'altra banda, presenta una elevada mobilitat en els sòls i té molta tendència a passar a les aigües, tant superficials com subterrànies [CITME, 2006].

3.1.2. El pentaclorofenol

El pentaclorofenol es troba en forma de cristalls incoloros similars a agulles o bé sòlid amb diverses formes d'olor característica. Es tracta d'un hidrocarbur halogenat d'elevada toxicitat i molt persistent.

Pel que fa a les vies d'exposició, es pot absorbir per inhalació, a través de la pell i per ingestió. Inhalar pentaclorofenol pot produir tos, vertigen, somnolència, mal de cap, dificultat respiratòria i mal de coll. En referència als efectes d'aquesta substància a la pell, és important destacar que aquesta el pot absorbir de manera que es torna molt vermella i poden sortir ampolles. Finalment, la ingesta de pentaclorofenol pot causar diarrea, vòmits, nàusees i fins i tot la pèrdua del coneixement [www.mtas.es/insht].

Cal comentar també que el pentaclorofenol té greus efectes a llarg termini: és mutagen, causa alteracions en els sistemes immunològic i endocrí, augmenta la susceptibilitat a infeccions i altera les funcions reproductives.

Aquest compost halogenat s'ha utilitzat com a herbicida, insecticida, algicida, bactericida, per al manteniment de la fusta o també com a agent antimicrobià en diversos productes.



S'ha utilitzat en grans quantitats i hi ha evidències que ha causat efectes adversos en la salut dels humans, en els animals i també en els ecosistemes [CITME, 2006].

3.2. Necessitat de reduir la càrrega de contaminants en les aigües residuals

La reducció de la càrrega contaminant és un pas important a donar per portar a terme una bona gestió del sistema d'aigua. Qualsevol procés o acció que permeti reduir la concentració o emissió de contaminants, aporta tant un estalvi econòmic com una reducció de l'impacte ambiental que repercuteix sobre el medi.

Hi ha diverses solucions que permeten reduir la càrrega de contaminants sobre les aigües residuals, com per exemple canvis substancials en els processos de producció, homogeneïtzació dels contaminants, substitució dels productes més contaminants pel medi per altres que siguin menys nocius, etc.

De tota la càrrega de contaminants que s'emeten a les aigües residuals, en aquest projecte s'estudia com reduir al màxim la càrrega de contaminants fenòlics. Aquests compostos que són d'elevada toxicitat, poden produir la destrucció dels organismes aquàtics en tot el plomall de l'abocament, i en contacte amb l'ésser humà produeix cremades a la pell i mucoses.

3.3. Impactes ambientals de les aigües residuals

Les aigües residuals poden ocasionar diversos impactes ambientals des de la seva generació fins al final del seu cicle hidrològic. Els impactes ocasionats a l'origen dels abocaments estan relacionats amb la seguretat industrial, ja que la gestió inadequada dels residus líquids pot generar accidents o malalties professionals.

Una vegada els efluents industrials són transportats fora de l'àmbit de l'empresa i són abocats a la xarxa de clavegueram sense tractament, poden afectar al seu funcionament si contenen substàncies corrosives que ataquin les diverses estructures de ciment. Si tenen concentracions elevades d'olis i grasses o de sòlids sedimentables poden ocasionar reduccions del diàmetre efectiu de les canonades, arribant fins i tot, a formar taps. També es pot afectar l'equilibri biològic, tant en les aigües com en el fang del fons, especialment si es tenen descàrregues amb altes temperatures, detergents, altes càrregues orgàniques, substàncies potencialment tòxiques i/o cancerígenes [www.minambiente.gov.co/].



Quan les aigües residuals són transportades a una planta per al seu tractament, es presenta un impacte ambiental de caràcter positiu ja que s'eliminen diferents substàncies contaminants abans de l'abocament final. Cal destacar que també es poden generar alguns impactes de caràcter negatiu com per exemple, aspectes visuals, la propagació d'olors, entre d'altres.

Per últim, cal destacar que si l'abocament es fa directament sobre el sòl, els àcids, bases, sals, olis i grasses que poden ser presents en les aigües residuals poden alterar les característiques d'aquest sòl, provocant processos com el d'erosió o salinització, entre d'altres.

3.4. Breu descripció de la legislació d'aigües actuals

La legislació d'aigües que existeix actualment pot classificar-se en nou blocs temàtics diferenciats [www.gencat.cat]:

- Bloc de constitucionalitat.
- Normativa general d'aigües.
- Normativa relativa a la planificació i programació.
- Normativa sobre organització administrativa de l'aigua.
- Normativa relativa a l'aprofitament, utilització, regulació i protecció.
- Normativa relativa a la concessió de subvencions i atribució de fons.
- Normativa relativa al règim econòmic - financer de l'ACA.
- Normativa relativa a la prevenció i control de la contaminació.
- Normativa incidental.

La normativa d'aigües actual també es pot dividir en funció de l'administració a la que pertany i l'àmbit en el qual és vigent. Des d'aquest punt de vista, podem dividir la legislació en local, autonòmica, estatal i europea. A l'annex A s'han descrit les diferents lleis aplicables en cadascun dels àmbits, i un breu resum de cadascuna d'elles.



3.5. Marc legal de la contaminació d'aigua

En l'àmbit comunitari actual s'adopten mesures específiques contra la contaminació de les aigües per a determinades substàncies que representen un risc significatiu per al medi aquàtic o a través d'aquest, inclosos els riscos d'aquesta naturalesa per a les aigües utilitzades per captar aigua potable, amb l'establiment de la *Directiva 2000/60/CE*, de 23 d'octubre de 2000, marc comunitari d'actuació en l'àmbit de la política d'aigües.

Aquestes mesures tenen com a objectiu la reducció progressiva dels abocaments, les emissions i les pèrdues i, en el cas de les substàncies perilloses prioritàries, la interrupció o la supressió gradual amb l'objectiu final d'aconseguir concentracions en el medi aquàtic (superficial continental, marí, de transició així com aigües subterrànies) properes als valors bàsics pel que fa a les substàncies d'origen natural i pròximes a zero pel que fa a les substàncies sintètiques artificials.

Sobre aquesta base la Comissió Europea ha desenvolupat un sistema combinat de fixació de prioritats basat en mesures i models anomenat COMMPS (*Combined Monitoring-based and Modellingbased Priority Setting*) i ha establert una llista de substàncies prioritàries, aprovada per la *Decisió núm. 2455/2001/CE*, perquè es puguin aplicar de manera oportuna i continuada controls comunitaris sobre les substàncies perilloses.

A la *Directiva 2006/11/CE* relativa a la contaminació causada per determinades substàncies perilloses abocades al medi aquàtic comunitari es fixen els objectius de qualitat i els límits d'abocament per a determinades substàncies perilloses com són el mercuri, el cadmi, etc.

Amb el *Reial Decret 995/2000*, es fixen objectius de qualitat per a determinades substàncies contaminants i es modifica el Reglament de domini públic hidràulic, establint objectius de qualitat per a determinats metalls pesants.

En l'àmbit estatal, el *Reial Decret 927/1988*, pel qual s'aprova el Reglament de l'Administració pública de l'aigua i la planificació hidrològica, la transposició de la *Directiva 75/440/CEE*, estableix la qualitat exigida a les aigües superficials que siguin destinades a la producció d'aigua potable.

Per a les aigües destinades al consum humà s'estableixen en l'àmbit comunitari normes de qualitat bàsiques en la *Directiva 98/83/CE*, del 3 de novembre, transposada al nostre ordenament jurídic amb el *Reial Decret 140/2003*, del 7 de febrer. Els valors paramètrics s'han fixat sobre la base dels coneixements científics disponibles, seguint la metodologia de l'avaluació de riscos i tenint en compte el principi de prevenció, perquè les aigües de consum humà es puguin consumir durant tota la vida amb seguretat garantint, per tant, un nivell elevat de protecció de la salut de la població [www.gencat.cat].



3.6. Tecnologies actuals de tractament d'aigües subterrànies: barreres reactives permeables

Actualment, en el tractament d'aigües subterrànies contaminades s'utilitzen majoritàriament tecnologies convencionals, especialment el bombeig i el seu posterior tractament; però aquests mètodes tenen grans inconvenients degut al seu elevat cost, sobretot quan es tracta de tractaments llargs, i resulta difícil disminuir la concentració dels contaminants fins als nivells màxims permessos. Com a conseqüència d'aquest fenomen, són necessàries noves tecnologies més innovadores per reduir els efectes que produeixen sobre el medi ambient els aqüífers contaminats [KEELY J.P, 2005]

Les barreres permeables són un tipus de tractament in situ semipassiu que utilitza un medi que causa reaccions químiques o bioquímiques per a transformar o immobilitzar els contaminants.

Aquest mètode consisteix en posar un medi reactiu semipermeable en el camí del flux d'un plomall de contaminants, tal i com mostra la figura 3.1. Les barreres reactives permeables són particularment interessants en la descontaminació d'aigües subterrànies perquè conserven l'energia i l'aigua i tenen el potencial de ser més econòmiques que els mètodes convencionals de neteja, degut a uns baixos costos d'operació i manteniment [PULS R.W, 1998 i SCHAD H, 2000].

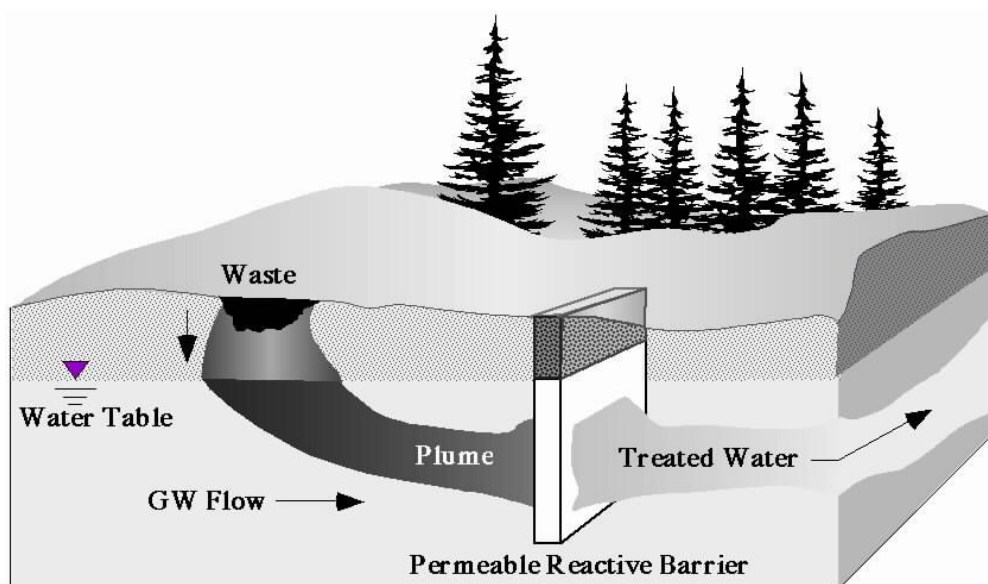


Figura 3.1. Representació esquemàtica d'una barrera reactiva permeable interceptant un plomall de contaminació.



Un avantatge addicional és que el medi reactiu pot ésser utilitzat in situ, eliminant així la necessitat d'extensos equips d'operació i d'equipament superficial.

És important, a l'hora d'avaluar la idoneïtat de cada medi de reacció, tenir en compte l'habilitat per a transformar els contaminants a velocitat suficientment elevada, mantenir una permeabilitat i reactivitat adequada durant llargs períodes de temps, i alliberar únicament compostos benignes com a subproductes.

La immobilització d'un contaminant a la barrera pot donar-se mitjançant sorció al medi reactiu o precipitació des de la fase aquosa. La sorció és una reacció abiòtica en la que el contaminant és atret a la superfície mitjançant interaccions hidrofòbiques, atraccions electrostàtiques, i/o complexació superficial. El mecanisme més habitual per a compostos orgànics (particularment els no polars) és la sorció deguda a l'expulsió hidrofòbica de l'aigua. Per una altra banda, els metalls tendeixen a establir una sorció mitjançant una atracció electrostàtica o reacció de complexació superficial. A més, els metalls poden ser immobilitzats augmentant el pH o afegint ions en excés per a formar un mineral insoluble. La precipitació de metalls és una combinació d'un procés de transformació seguit d'un procés d'immobilització.

Cal destacar que tant la sorció, que és el cas que s'estudiarà en extensió en aquest projecte, com la precipitació són processos generalment reversibles, pel que poden necessitar l'eliminació dels metalls reactius i productes acumulats, depenent de l'estabilitat dels compostos immobilitzats i la geoquímica de l'aigua subterrània.

L'èxit dels materials adsorbents en barreres reactives dependrà principalment de la força del complex que s'ha d'adsorbir i en la capacitat del material d'adsorbir un contaminant particular. Aquests materials tenen l'avantatge de no introduir substàncies químiques a l'aigua subterrània, però el desavantatge de que l'eficàcia del material depèn de la geoquímica de l'aigua subterrània (per exemple: pH, anions i cations majoritaris).

La transformació del contaminant en un compost més benigne mitjançant reaccions irreversibles, pel contrari, no necessàriament requereix l'eliminació del medi reactiu, a no ser que la seva reactivitat disminueixi o s'obstrueixi. La transformació en una barrera reactiva és generalment una reacció redox irreversible en la que el contaminant es reduït o oxidat. El medi pot proporcionar directament electrons per a la reducció o estimular microorganismes indirectament per a controlar la transferència d'electrons aportant un captador d'electrons (per exemple, l'oxigen) o un cedent d'electrons (per exemple, carboni).

La transferència d'electrons des del medi reactiu fins al contaminant ha d'estar afavorida des del punt de vista termodinàmic i ser cinèticament fàcil pel medi, per a ser efectiva



En el disseny d'una barrera reactiva, s'han de tenir en compte molts factors. Aquests inclouen la velocitat de reacció per a una determinada concentració de contaminants per massa de medi reactiu o àrea superficial, la geoquímica i l'hidrologia del sistema. Aquests factors afecten al temps de residència de l'aigua contaminada a la barrera, necessari per a assolir els objectius de concentració de contaminant. La capacitat de manipular alguns d'aquests factors d'una manera essencialment passiva mantindria la relació cost – efectivitat, a la vegada que, proporciona una major flexibilitat en el disseny i una major confiança en assolir els objectius d'eliminació de contaminants [POWELL R.M, 1997].





4. PROCESSOS DE SEPARACIÓ LÍQUID – SÒLID: ADSORCIÓ

4.1. Introducció

El procés consisteix en l'acumulació de molècules o ions en la superfície que separa dues fases (interfase). Les molècules o ions que queden acumulades (adsorbat o solut) poden ser líquids, gasos o vapors, mentre que la substància que adsorbeix (adsorbent) és un sòlid o líquid. En un material porós, el model d'adsorció sòlid - líquid es pot descriure mitjançant les tres etapes següents:

- Transport del solut des de la fase líquida a la superfície exterior de la partícula a través de la capa límit que envolta la partícula (resistència del film extern o de difusió externa).
- Transport del sòlid dins de la partícula (difusió intraparticolar o interna). El transport pot portar-se a terme per difusió molecular a través de la solució en els porus (difusió porosa), per difusió al llarg de la superfície adsorbent (difusió superficial) o per difusió combinada.
- Adsorció física o química del solut damunt de la superfície interna de la partícula.

Els passos de transport tenen lloc en sèrie, de forma que el pas més lent, anomenat pas limitant de velocitat, controla la velocitat del procés. La figura 4.1 mostra l'esquema del model d'adsorció dins d'una partícula porosa.

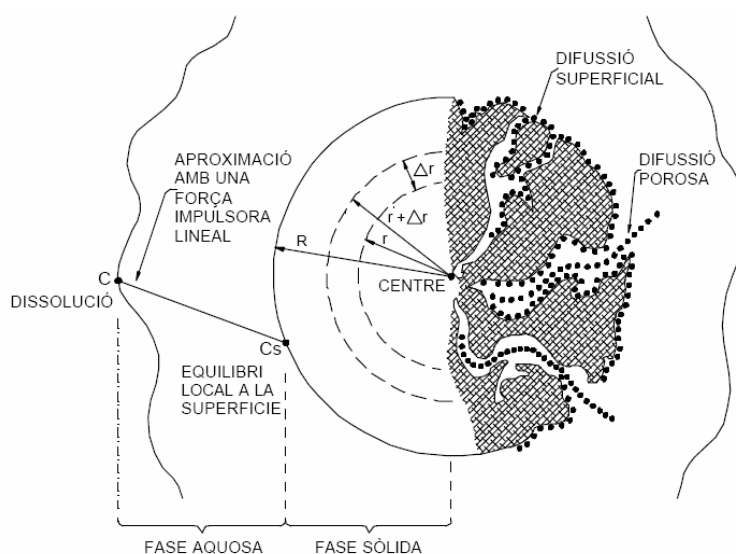


Figura 4.1. Model d'adsorció dins d'una partícula porosa [SERAROLS, 2001].



Segons el tipus d'interacció entre l'adsorbat i l'adsorbent, es distingeixen dos tipus d'adsorció:

a) Adsorció física o fisisorció

És la forma més simple d'adsorció que es produeix exclusivament degut a dèbils forces atractives físiques, generalment forces de Van der Waals. No apareix cap reacció química que acumuli les molècules o àtoms de l'adsorbat sobre la superfície de l'adsorbent.

b) Adsorció química o quimisorció

Quan es forma un enllaç químic, definit en aquest cas com un intercanvi d'electrons. El grau d'intercanvi i la simetria depèn dels materials involucrats. Intervenen forces físiques i reaccions químiques irreversibles entre la superfície de l'adsorbent i l'adsorbat.

4.2. Factors que influeixen en l'adsorció

Els factors que influeixen sobre el tipus i la magnitud de l'adsorció d'una determinada espècie sobre la superfície d'un adsorbent són molt diversos. Entre d'ells es pot destacar per la seva importància els següents [RUIZ P, 2006]:

a) Superfície específica

L'adsorció és un fenomen superficial, per tant, quant major sigui la superfície de l'adsorbent major serà el grau d'adsorció. És per això, pel que els adsorbents utilitzats (carbó actiu, reïnes sintètiques, etc.) són sòlids molt porosos amb un gran desenvolupament superficial.

b) Naturalesa de l'adsorbat

Dins de la naturalesa de l'adsorbat es poden distingir diferents aspectes importants. El primer d'ells és la solubilitat, quant major sigui aquesta el grau d'adsorció serà menor. La solubilitat està relacionada amb l'estructura del solut, així, s'observa que en series homologues de compostos orgànics el grau d'adsorció augmenta amb la longitud de la cadena. A més de l'estructura de la molècula també és de gran importància la presència de grups funcionals que poden interaccionar amb altres grups polars de l'adsorbent donant lloc a l'adsorció específica.

c) pH

L'efecte del pH en el grau d'adsorció és important degut a que una part dels ions hidroxil s'adsorbeix bastant fortament, i per altre banda, afecta al grau de dissociació de l'adsorbat, sent aquest fet d'especial importància en el cas dels contaminants fenòlics.



No obstant s'ha de tenir en compte que aquest factor no influeix per igual en tots els adsorbats i adsorbents pel que cal determinar-se sempre experimentalment.

d) Naturalesa de l'adsorbent

Aquest és un dels factors més importants al ser causa principal del fenomen de l'adsorció. Els factors més determinants són per un costat la naturalesa química de la superfície, que influeix en els enllaços que es formen entre l'adsorbat i l'adsorbent, i per altre banda les característiques estructurals del mateix, en especial: superfície específica, distribució de volum de porus i mida de les partícules d'adsorbent.

e) Naturalesa del dissolvent

El dissolvent és un altre dels factors a tenir en compte en l'adsorció sòlid - líquid, encara que es poden distingir dos aspectes diferents:

- Naturalesa química del dissolvent: influeix en les interaccions amb l'adsorbent i amb el solut, tant en la dissolució (solubilitat) com la fase adsorbida. El grau d'adsorció d'un adsorbat variarà segons el dissolvent en el que es trobi dissolt.
- Tensió superficial del dissolvent: la tensió superficial influeix en el contacte entre el sòlid i el líquid, i per tant determinarà la superfície eficaç per a l'adsorció.

f) Temperatura

L'adsorció normalment és un fenomen exotèrmic, per la qual cosa, en augmentar la temperatura es veurà desfavorida, si bé com les entalpies d'adsorció solen ser petites, les variacions amb la temperatura no són molt grans. Per això és millor mantenir la temperatura constant, per evitar variacions del procés d'adsorció.

g) Competència entre adsorbats

La competència entre adsorbats és de gran importància, ja que suposa una alteració en les capacitats d'adsorció i, fins i tot, en la velocitat del procés global d'adsorció. Normalment quant més similars són els adsorbats els efectes competitiu són lògicament menors.

4.3. Equilibri d'adsorció

Durant l'adsorció en un sistema sòlid - líquid, l'adsorbat passa del si de la dissolució líquida a l'interior dels porus de l'adsorbent. A mesura que l'adsorció avança, la concentració de l'adsorbat en la fase líquida disminueix, augmentant la corresponent a la fase adsorbida.



Lògicament, la velocitat de la transferència disminueix a mesura que ho fa també la diferència de concentracions entre ambdues fases. Després d'un temps de contacte suficientment llarg, s'estableix un equilibri dinàmic a la superfície de l'adsorbent entre les molècules d'adsorbat que romanen en la fase líquida i les que han estat adsorbides en la fase sòlida. Aquesta distribució de l'adsorbat entre la fase líquida i la sòlida representa l'equilibri d'adsorció, que és funció d'una sèrie de paràmetres comentats anteriorment.

Les representacions gràfiques o analítiques d'aquesta distribució constitueixen les corbes o equacions d'equilibri, respectivament, les quals s'anomenen també "*isotermes d'equilibri*", ja que es refereixen a temperatures determinades.

Així doncs, es pot definir una isoterma d'adsorció com la relació que mostra la distribució de l'adsorbat entre la fase adsorbida i la solució a l'equilibri a una temperatura determinada. Existeixen un gran nombre d'expressions matemàtiques per descriure l'equilibri isotèrmic d'adsorció, cadascuna d'elles amb un nivell de complexitat diferent. La diferència entre aquests models roman en les diferents hipòtesis simplifícatives inicials i, en conseqüència, en el nombre de paràmetres característics de l'equació que representa l'equilibri. Alguns exemples són les isotermes de model lineal, de Langmuir, de Freundlich, de Redlich Peterson, de Temkin, BET i Weber [Santiago M, 1988].

Els experiments d'adsorció, es poden realitzar bàsicament de dues formes: en reactors batch o en columna (en continu). Les proves en reactors batch són útils principalment com a eina de mostreig inicial per a avaluar els diferents mitjans reactius o per a informar de la degradació dels contaminants. Per a la majoria dels altres propòsits són millors les proves en columna pels següents motius [PULS R, 1998]:

- Els paràmetres de disseny es determinen sota condicions de flux dinàmic. Degut a què les variacions en les concentracions de contaminants i els canvis inorgànics es produeixen a través de la distància recorreguda al llarg de la cèl·lula reactiva, aquests paràmetres poden ser mesurats instal·lant un determinat nombre de punts de presa de mostres intermèdies al llarg de la longitud de la columna.
- Les vides mitjanes mesurades en les proves en columna són generalment més fiables que les mesurades en reactors batch.
- L'adsorció no lineal en llocs amb adsorció no reactiva es simula millor mitjançant experiments en columna.
- Els productes de reacció s'acumulen en el reactor batch, mentre que en les proves en columna poden ser extrets.



Per aquests motius exposats, s'ha considerat adient treballar amb sistemes en columna (sistemes continus) pel present projecte.





5. DISSENY DEL SISTEMA EXPERIMENTAL

5.1. Disseny d'un equip de laboratori per a un sistema en columna

En aquest projecte es planteja el problema d'analitzar diferents tipus de contaminants orgànics, de caràcter fenòlic, en continu, mitjançant l'experimentació en columnes. Per tal de poder comprendre bé els processos experimentals en columna, cal tenir clares les 5 etapes bàsiques que es resumeixen a continuació [www.tecnociencia.com].

1) L'etapa d'empaquetament consisteix en introduir l'adsorbent a l'interior de la columna. S'ha de controlar i evitar la formació de bosses d'aire entre les seves partícules, així com, deixar l'espai suficient perquè l'adsorbent hi càpiga un cop hagi incrementat el seu volum en presència de la dissolució.

2) En l'etapa de tractament o de càrrega, la dissolució passa a través de la columna perquè es produeixi la sorció. Quan l'adsorbent comença a estar saturat, s'observa un augment de la concentració d'adsorbat a la dissolució que surt de la columna. Quan la concentració de la dissolució d'entrada és igual a la concentració a la sortida, significa que l'adsorbent ha esgotat tota la seva capacitat en les condicions d'operació.

3) En l'etapa d'agitació amb aigua, en la qual es realitza un rentat de l'adsorbent amb aigua, s'eliminen recobriments dipositats en l'adsorbent i les matèries filtrades entre les partícules de l'adsorbent.

4) En l'etapa de regeneració es fa passar una dissolució regenerant a través de l'adsorbent. És usual realitzar la regeneració en sentit contrari al sentit d'experimentació. És anomenat regeneració a contracorrent.

5) L'etapa de rentat, consisteix en l'eliminació de l'excés de regenerant que roman a l'interior de la columna.

Per fer possible aquesta experimentació han estat necessaris una sèrie de dispositius i aparells de laboratori, que a continuació s'esmentaran i es detallarà el motiu principal pel que s'han escollit:

a) Bomba i capçal

Degut a la necessitat de mantenir el cabal constant i molt precís per tots els canals és necessària una bomba peristàltica que, a més, estigui preparada per a la connexió i control amb un computador.



S'ha escollit una bomba de la marca comercial GILSON model Minipuls 3, i un capçal de la mateixa marca i de vuit vies degut a les especificacions imposades al projecte. Aquesta bomba permet mantenir, escollint correctament un dels tubs de la gama, cabals molt baixos (d'un ordre de 0,4 – 1,5 ml/min) i amb un grau de precisió molt bo.

Pel que fa al material dels tubs s'han escollit dos jocs diferents: un primer joc de material Pharmed, capaç de suportar cabals màxims de 1,4 ml/min per canal, indicat per compostos orgànics que puguin tenir un comportament més corrosiu o agressiu i un segon joc de PVC, capaç de suportar cabals màxims de 1,415 ml/min per canal, per a poder tractar compostos orgànics estàndards.

El motiu principal per escollir aquesta bomba és la possibilitat de connectar-la a un computador mitjançant l'elaboració d'un driver que estableixi el protocol de comunicació màquina – computador. La marca GILSON ofereix un cablejat i una interfície màquina - computador que permet la connexió entre ells a través del port sèrie del computador. També cal destacar que aquesta marca ofereix un ampli suport tècnic i experiència en el sector químic.

b) Agitador

Per tal de conservar les característiques físico-químiques dels compostos orgànics a analitzar mitjançant el sistema automatitzat, és necessari un procés d'agitació constant de les dissolucions originals. Per aquest motiu es necessiten agitadors capaços de mesclar recipients d'un litre de capacitat, segons les especificacions dels cabals a tractar per cada un dels canals. De partida s'han escollit 2 agitadors magnètics de la marca comercial Heidolph model Hei-Mix L degut a què ofereixen una bona agitació (fins a un màxim de 1400 rpm) per ampolles de vidre d'un litre. Aquests agitadors tenen una mida compacte, característica important a l'hora de la seva confinació posterior en un espai de petites dimensions, una lleugeresa destacable i un consum elèctric reduït.

Cal destacar que, perquè un agitador magnètic funcioni, és necessari introduir dins de l'ampolla de vidre, on es troba la dissolució d'estudi, un imant recobert de polímer perquè generi el camp magnètic necessari per agitar-la. S'ha escollit un imant estàndard en necessitar una agitació homogènia sense cap forma de corrent predeterminada.

També cal citar que, si fos necessari afegir noves dissolucions d'estudi amb les que experimentar, s'haurien d'adquirir nous agitadors de les mateixes característiques.

c) Columnes

Degut a la necessitat de realitzar experiments en continu, s'han hagut d'adquirir columnes ja que aquest és el mètode més emprat i que millor s'adapta a les especificacions imposades.



Per aquest motiu s'han escollit columnes de la marca comercial OMNIFIT de diàmetre interior 10 mm i amb una resistència de 41 bar de pressió. Principalment, s'han escollit d'aquesta marca comercial, perquè disposen d'una àmplia varietat d'accessoris per connectar, com per exemple: terminals de polietilè (PE), juntes de tefló (PTFE), anells de frit de diferents diàmetres de partícula, etc. i també perquè estan fabricades amb vidre normalitzat molt resistent a tot tipus de substàncies orgàniques i de llarga vida.

S'ha optat per escollir columnes de diàmetre interior 10 mm, ja que són les més adients per confinar la massa d'adsorbent o resina que s'emprarà, aproximadament uns 1,5 grams, garantint un bon empaquetament al seu interior. També s'ha tingut en compte que la pressió exercida pel cabal de contaminant orgànic no ha de superar la màxima pressió que és capaç de suportar la columna. Inicialment, s'han adquirit 4 columnes per realitzar els experiments en paral·lel dos a dos, però en el cas que fos necessari o que es volgués experimentar amb una sola dissolució per canal, el sistema és capaç de suportar fins a 8 columnes treballant per separat.

d) Recol·lector de fraccions

Un cop impulsada la dissolució pel circuit i realitzat el procés de sorció a les columnes, és necessari prendre mostres en continu de petits volums (entre 3 i 5 ml) cada cert temps, que ve fixat per l'usuari. Per realitzar aquesta acció de presa de mostres en automàtic, s'ha escollit un recol·lector de fraccions de la marca comercial GILSON model FC 204 principalment per tres característiques.

La primera és que posseeix, igual que la bomba, un port sèrie que li permet connectar-se a un computador. La segona característica és que, mitjançant el disseny d'un accessori polimèric acoblat en el braç que posiciona la presa de mostres, es poden arribar a prendre fins a 30 mostres per canal, en el cas que s'utilitzin els vuit de què es disposa i els 4 suports "rack 21", que permet allotjar fins a 240 tubs de 13 mm de diàmetre i 100 mm de longitud, que són els més emprats. Si es vol utilitzar tubs de més o menys capacitat s'han de canviar els suports esmentats i els tubs de mostres, adquirir-ne de nous i modificar el disseny de l'accessori polimèric, substituint-lo posteriorment. Aquest canvi de disseny ve imposat per la variació de la geometria en els suports.

Per últim i com a tercera característica cal destacar que és important que el recol·lector i la bomba siguin de la mateixa marca comercial. Aquest fet facilita la feina de programació ja que els dos aparells utilitzen un mateix protocol de comunicació. Tot i tenir drivers diferents entre ells, comparteixen algunes de les principals comandes.



e) Electrovàlvules, CoolDrive i targeta d'adquisició de dades NI-6520

Degut a la capacitat del sistema automatitzat per a treballar amb múltiples canals simultània i aleatòriament, és necessari incorporar un dispositiu que sigui capaç d'obrir i tancar el flux de cada un dels vuit canals, que poden participar en l'experiment, a l'instant de prendre les mostres. Per aquest motiu s'han escollit 8 electrovàlvules de 3 vies de la marca comercial NResearch Incorporated model PNLBT032 en ser de mida compacte, treballar a tensions elèctriques contínues de 24 VDC i consumir poca potència, només 3 W. Aquestes electrovàlvules van muntades en un suport que garanteix la seva estabilitat i proporciona compacitat al conjunt. També es necessita un connector per cada una de les tres vies que disposa una electrovàlvula per garantir la continuïtat del flux de dissolució a través del tub que configura el circuit.

Per a poder connectar electrònicament les electrovàlvules amb el computador són necessaris dos dispositius addicionals.

El primer dispositiu consisteix en dos targetes CoolDrive de la marca comercial NResearch Incorporated model 225D5X24, que s'encarreguen de controlar la tensió nominal i d'engegada amb la finalitat de reduir el risc de transferència de calor al procés i disminuir la potència consumida per cicle en no exigir sempre la tensió nominal pel seu funcionament, augmentant així la vida útil de les electrovàlvules. Cal citar que aquestes targetes CoolDrive, s'alimenten a la mateixa tensió contínua que les electrovàlvules, 24 VDC, i és necessari disposar d'una font d'alimentació externa que garanteixi en tot moment aquest valor. Cal destacar que es necessiten dues targetes CoolDrive perquè cada una d'elles és capaç de controlar 5 electrovàlvules i el sistema d'estudi en té 8.

El segon dispositiu consisteix en una targeta digital d'adquisició de dades per port PCI de la marca comercial National Instruments model NI PCI – 6520, que s'encarrega de poder comunicar mitjançant un driver, dissenyat per l'usuari, el computador amb el conjunt CoolDrive – electrovàlvules. Bàsicament aquesta targeta s'utilitza per poder obrir o tancar les electrovàlvules en funció del número de canals que es decideixin usar en l'experiment. A més a més, també és necessari un cable de la mateixa marca comercial i model SH 37F – 37M que connecti físicament el port 37-Pin D-Sub I/O connector mascle de sortida de la targeta, fins a un adaptador femella també de la mateixa marca comercial i model CB – 37FH que permeti comunicar amb cables elèctrics fins a les electrovàlvules.

S'ha escollit aquesta targeta perquè compleix amb les especificacions desitjades. És a dir, pot controlar digitalment fins a 8 canals a baix cost, suportar tensions d'entrada en continu de fins a 60 VDC assegurant l'estabilitat del sistema i suportar fins a 60 W de potència total, fet que ens assegura una llarga vida en no sobreescalfar-se.



Un avantatge important que cal destacar d'aquesta targeta és que en cas de tall del subministrament elèctric, i fallada posterior del SAI (Sistema d'Alimentació Ininterrompuda), aquesta posseeix memòria interna i és capaç de reprendre l'últim estat en tornar a tenir una tensió positiva a l'entrada.

f) Armari refrigerador

Per a realitzar experiments en columna i obtenir-ne uns bons resultats és necessari mantenir i assegurar en tot moment la temperatura constant. Per aquest motiu s'ha escollit un armari refrigerador d'aire forçat de la marca comercial J.P. SELECTA model Medilow-L, que permet assegurar una temperatura constant entre +2 °C i +40 °C amb una precisió de $\pm 1,5$ °C i amb una resolució de 1 °C. S'ha escollit aquest armari refrigerador perquè posseeix una mida interior ajustada al volum i a les característiques de la resta d'aparells esmentats amb anterioritat, que van confinats al seu interior.

També cal destacar que aquest model disposa de porta de vidre amb doble cristall tèrmic i llum de neó interior, que permet veure i controlar en tot moment l'estat de l'experiment des de l'exterior sense perdre propietats tèrmiques. Per últim, s'ha d'esmentar la flexibilitat a l'hora d'adaptar tots els aparells de laboratori que hi ha al seu interior, ja que posseeix cinc graelles intercanviables a qualsevol alçada dins de l'espai interior.

g) Computador i SAI (Sistema d'Alimentació Ininterrompuda)

Per a l'automatització i programació de tot el sistema, és completament necessari un computador per a poder establir la comunicació usuari - sistema. Per aquest motiu s'ha escollit un ordinador de sobretaula de la marca comercial ACER model Aspire T690, en necessitar unes prestacions mitges: 80 GB de disc dur, processador Intel Core 2 Duo 3GHz , 1 connexió externa RS-232, 2 connexions PCI, 1 GB de memòria RAM i Windows XP com a sistema operatiu, per a evitar possibles problemes d'incompatibilitat amb els diferents aparells.

Per poder garantir que tot el sistema automatitzat continuï treballant, en cas d'una caiguda del corrent elèctric, i assegurar la gravació de les dades necessàries pel seguiment de l'experiment, s'instal·larà un SAI. S'ha escollit un SAI de la marca comercial APC model Back-UPS CS 500 per la seva capacitat de subministrar corrent elèctric durant uns 10 - 12 minuts si la demanda energètica és d'uns 300 W aproximadament, que és el cas d'estudi, i també per la seva compacitat i reduït cost econòmic. També cal mencionar que el SAI disposa de 4 sortides per connectar els aparells més bàsics del sistema, que no haurien de parar de funcionar en el cas de caiguda de la xarxa, com són: agitadors, bomba, recol·lector de fraccions i la font d'alimentació del conjunt CoolDrive – electrovàlvules.



5.2. Avantatges tècniques de l'automatització

Un cop analitzat el maquinari del projecte s'han evidenciat una sèrie de mancances i limitacions:

- El recol·lector de sèrie només és capaç de treballar amb un sol canal. S'han de fer modificacions a nivell físic i sobretot de programació per tal d'adaptar-lo als 8 canals requerits pel sistema.
- La programació del recol·lector és limitada perquè no es poden prendre mesures a diferents intervals de forma automàtica. Si es controla el sistema amb un ordinador sí és possible.
- S'ha de portar un diari de l'experiment totalment extern i independent d'aquest amb els conseqüents problemes de pèrdua de dades total o parcial.
- Altrament també és necessari desar les dades de les mostres preses i el seu posterior anàlisi.

És per tot això, que es decideix dissenyar i programar un programari conjunt que realitzi les tasques de controlador dels aparells i emmagatzematge de les dades, tant del disseny de l'experiment com del diari i totes les incidències possibles en el transcurs d'aquest. També ha de ser capaç d'emmagatzemar els resultats obtinguts i l'anàlisi d'aquests.

És de gran importància aconseguir un programari capaç d'assolir tota la funcionalitat abans nomenada amb la màxima senzillesa i facilitat per a l'usuari del laboratori.

També és important tenir en compte que qualsevol programari pot ser ampliable sense tenir cap límit teòric.

5.3. Disseny d'un programari per a un sistema automàtic en continu

5.3.1. Introducció

En aquest apartat no s'intenta informar al lector sobre com es programa, si no com i quina informació s'ha de transferir a un programador informàtic. Aquest ha de ser capaç de programar el programari sense haver vist mai el muntatge experimental sobre el que tracta el present projecte.

Per tant, s'han de definir les comunicacions amb els diferents aparells, la base de dades sobre la qual es desarà la informació i quina ha de ser la interacció amb l'usuari.



El disseny del programari es realitza amb l'objectiu de la seva utilització en diversos muntatges experimentals, semblants però no idèntics. Aquest fet obliga a dissenyar un programari versàtil i fàcilment ampliable. Tot i això, el programa haurà de tenir petites adaptacions per cada instal·lació.

En el cas concret d'aquest projecte, s'optimitzen les funcions d'un sol mostrejador per a poder realitzar fins a 8 experiments en paral·lel, fet que redueix en escreix el temps global d'experimentació. És per això que s'ha de realitzar una funció que controli i optimitzi el mostrejador.

També cal tenir en compte el tipus d'usuari i els possibles coneixements d'informàtica. En aquest cas concret, un usuari tècnic de laboratori sol tenir un nivell informàtic mitjà. Aquest fet obliga a realitzar un disseny i una programació robusta i una interfície de comunicació amb l'usuari còmode, intuïtiva i de fàcil utilització.

5.3.2. Estructura

El programari dissenyat té per objecte reunir en un sol paquet el control de l'experiment. Aquest permet el control remot dels aparells, desar conjuntament totes les dades necessàries ja siguin de la configuració de l'experiment com els resultats obtinguts i ,fins i tot, el diari o les anotacions preses pel tècnic respecte als esdeveniments que han transcorregut durant l'experiment.

5.3.2.1. Interfície

És la part més visual del programa i també és l'eina d'interacció amb l'usuari.

5.3.2.2. Base de dades

És un apartat molt relacionat amb la interfície ja que és on es desen les dades introduïdes per l'usuari des d'aquesta.

5.3.2.3. Control i connexió amb els aparells

Són necessàries tres parts elementals per a poder arribar a controlar qualsevol aparell a través d'un ordinador. La primera és el protocol que s'ha de seguir per poder connectar amb aquest aparell. La segona és el driver, que s'encarrega de traduir les ordres de comandament de l'aparell per ser processades per l'ordinador. La tercera és la part del programa que executa aquestes ordres, per tant, la del control de l'aparell.



5.3.2.4. Resultats i resum de l'experiment

És la part del programa on s'introdueixen els valors obtinguts de l'experiment i on es mostren les dades importants d'aquest. És important poder extreure aquestes dades del programa.

5.3.3. Disseny de la interfície

5.3.3.1. Manteniments

La taula 5.1. mostra totes les dades relacionades amb els aparells o elements que formen part de l'experiment.

Bomba	Columna	Dissolució	Mostrejador	Resina	Tub
Codi	Codi	Codi	Codi	Codi	Codi
Marca	Marca	Nom	Marca	Nom	Marca
Model	Diàmetre Interior	Dissolvent	Model	Marca	Referència
	Longitud	Solut	Codi Rack	Diàmetre Partícula	Material
	Volum de Llit	Concentració	Diàmetre Tub	Densitat	Diàmetre Interior
			Longitud Tub	Turbidesa	Cabal Màxim
			Volum Tub	Velocitat de Rentat	Codi de Color
			Nºtubs x Rack	Temps de Rentat	
			Numero Canals	Velocitat d'Operació	
				Velocitat de Regeneració	
				Capacitat Total	

Taula 5.1. Camps que formen els diferents manteniments.

5.3.3.2. Manteniments de l'experiment

És on es mostren tots els experiments realitzats i l'eina per poder crear un nou experiment. En aquest apartat es mostren les dades comunes de tots els canals.



A part de les dades bàsiques com son el codi, la data, la descripció, la temperatura i les observacions, també es tria entre els diferents tipus de bomba, columna i mostrejador introduïts anteriorment en els manteniments.

Un experiment ja realitzat no pot ser modificat, per tant, en el moment de voler reproduir un experiment el programa ha de crear un altre experiment amb les mateixes característiques bàsiques però amb diferent data i descripció.

5.3.3.3. Configuració de l'experiment

És la part on s'introdueixen els valors calculats relacionats amb cada canal disponible. Com ja s'ha explicat anteriorment, es pot disposar de diversos canals segons la configuració del mostrejador que es configura en el manteniment de l'experiment.

A continuació es detallen cadascun dels diferents elements, il·lustrats a la taula 5.2, dels que consta la configuració:

Canal	Actiu	Dissolució	Resina	Color tub	Pes resina	Volum per mostra	Volum total
-------	-------	------------	--------	-----------	------------	------------------	-------------

Taula 5.2. Configuració dels diferents canals.

- El canal enumera els diferents canals dels que està compost l'experiment. Té un màxim predeterminat per la configuració del mostrejador.
- L'actiu mostra si el canal està actiu o no. En finalitzar la configuració tots els canals actius han de ser consecutius.
- La dissolució està relacionada amb el manteniment de Dissolució. En cada canal s'escull una de les dissolucions introduïdes en el manteniment.
- La resina és anàloga a la dissolució, està relacionada amb el seu manteniment.
- El color del tub també està relacionat amb el seu manteniment, tot i que en aquest cas els tubs utilitzats es diferencien amb un codi de colors, és aquest codi el que es mostra en aquest camp.
- El pes de la resina mostra la quantitat en grams d'aquesta dins de la columna.
- El volum per mostra és el volum que es necessita per cada mostra. Aquest valor no pot superar la capacitat dels tubs del mostrejador.



- El volum total és el volum de dissolució que es desitja fer passar a través de la columna.

Abans de realitzar l'experiment també s'han de configurar els instants de mostreig. Per a realitzar-ho s'ha de crear una taula on els camps siguin el número de mostra i l'instant de mostreig. L'instant de mostreig és un valor absolut, per exemple, si la mostra número 4 conté el registre 10 significa que s'ha de prendre una mostra quan hagin transcorregut 10 minuts del total de l'experiment. Per tant, s'ha de tenir en compte que a l'hora de prendre una mostra, el mostrejador no estigui executant una ordre anterior sense finalitzar.

5.3.3.4. Control de l'experiment

En aquest apartat l'usuari ha de ser capaç de fer el seguiment de l'experiment i poder fer les modificacions oportunes sobre aquest. La taula 5.3. conté els camps necessaris pel control.

Canal	Actiu	Cabal	Volum per mostra	Volum total	Volum filtrat	Volum restant	Electrovàlvules
-------	-------	-------	------------------	-------------	---------------	---------------	-----------------

Taula 5.3. Primera taula de control de l'experiment.

- Els camps canal, actiu, volum per mostra i volum total són anàlegs a l'apartat anterior en el moment de l'inici de l'experiment. Un cop començat l'experiment, l'usuari podrà modificar aquests camps depenent de l'evolució del propi.
- El cabal és el valor exacte del cabal real que travessa la columna. L'usuari ha d'introduir el valor mitjançant una funció que permeti calibrar manualment cada canal utilitzant la bomba. Les unitats són mil·lilitres per minut (ml/min).
- El volum filtrat mostra el volum de dissolució que ha passat a través de la columna. S'incrementa amb el pas del temps i en el moment de tornar a calibrar el cabal. Quan s'està portant a terme un experiment i és necessari tornar a calibrar el cabal d'algun dels canals, s'ha d'aturar l'experiment. Amb l'experiment aturat el programa és incapaç de saber la quantitat de dissolució que travessa cada columna. Aquest valor ha de ser mesurat i introduït per l'usuari per a una major fiabilitat dels resultats obtinguts. Les unitats són mil·lilitres (ml).
- Per a poder realitzar aquesta funció, s'ha de crear un camp auxiliar (campVF) i una variable de temps (horaRC). L'esquema del funcionament intern del programa respecte a aquest camp es mostra a la figura 5.1.



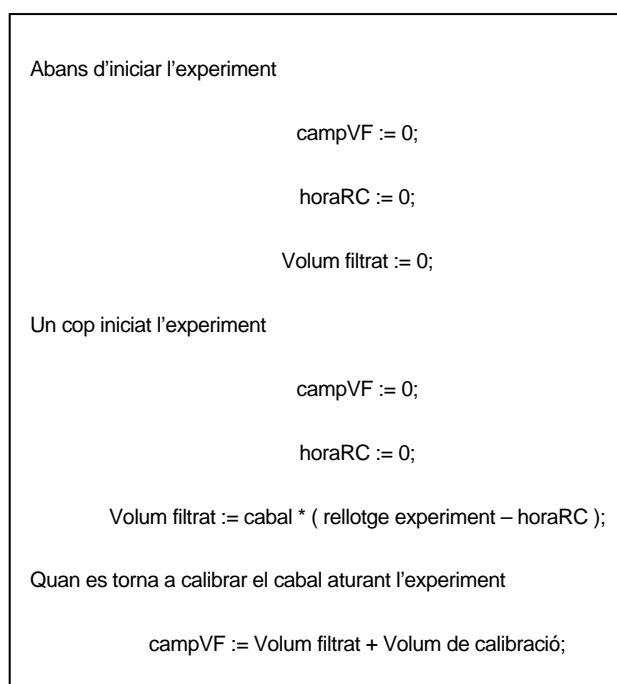


Figura 5.1. Esquema de funcionament intern del programa

- El volum restant mostra la quantitat de dissolució que queda per passar. És el valor resultant de la resta entre els camps volum total i volum filtrat. En el moment que tots els registres d'aquest camp siguin negatius l'experiment s'ha de finalitzar.
- El camp de les electrovàlvules mostra l'estat de cada una d'elles. Si estan desviant el fluid cap al mostrejador aquest camp es mostrarà actiu, si el fluid és desviat al dipòsit final, aquest camp es mostrarà inactiu.

En el control de l'experiment hi ha d'haver una segona taula il·lustrativa, taula 5.4, que mostri a l'usuari l'evolució de les mostres preses o que queden per prendre. Aquesta taula s'ha de poder modificar parcialment.

Número de mostra	Realitzada	Instant
------------------	------------	---------

Taula 5.4. Segona taula de control de l'experiment.

En el moment que una mostra ja està presa ja no es podrà modificar, però el conjunt de mostres per prendre és variable segons el criteri de l'usuari. Per tant, es poden eliminar o inserir mostres i es pot modificar l'instant en què el programa prendrà la mostra.

- El número de mostra és un camp que enumera les mostres a prendre.



- El camp realitzada visualitza si una mostra ja ha estat presa o no.
- El camp instant mostra l'instant absolut de temps en què la mostra ha estat presa o en l'instant que es prendrà, depenent de si la mostra ja ha estat realitzada o no.

En el formulari de control de l'experiment també hi ha d'haver les eines per calibrar cada canal de la bomba, iniciar, finalitzar i fer un seguiment de l'experiment. D'altra banda, s'ha de mostrar l'estat exacte en què es troba l'experiment.

Aquest formulari conté les següents funcions:

- La funció calibrar és la manera amb què l'usuari pot introduir el valor del cabal. Aquesta funció ha de tenir els controls bàsics de la bomba per a poder realitzar el calibratge. L'usuari ha de tenir el control total sobre la bomba.
- La funció diari és una taula que conté els camps data, usuari i comentari. Serveix per a que quedi registrat qualsevol esdeveniment, opinió o observació sobre el propi experiment.
- Les funcions de control són tres botons que han de permetre iniciar, aturar i finalitzar l'experiment.
- El rellotge de l'experiment és un marcador que mostra el temps en dies, hores, minuts i segons que han transcorregut des de l'inici de l'experiment.
- El rellotge de la següent mostra és un marcador anàleg a l'anterior que mostra el temps restant fins a la següent mostra.
- Les revolucions de la bomba queden fixades per l'usuari en el moment del calibratge. Aquest marcador no varia fins que no hi torna a haver un altre calibratge.
- La informació del mostrejador és un marcador que mostra l'estat de cada un dels racks del mostrejador. En experiments amb moltes mostres és necessari canviar un rack i reposar els tubs de mostra per tubs nets. Si s'han ocupat tots els racks i l'usuari no ha reposat part d'aquests, l'experiment s'ha d'aturar. En el cas de canvi de rack, el programa ha de tenir una eina que li permeti a l'usuari introduir quin dels racks ha canviat.

5.3.3.5. Resultats de l'experiment

En l'instant de prendre una mostra, el programa ha de guardar les dades més importants sobre aquella mostra.



Aquestes dades són el número de mostra, hora de l'experiment, número de tub, cabal, volum de la mostra, volum filtrat, resultat 1, resultat 2, resultat 3, usuari i comentari.

Hi ha diverses maneres d'analitzar una mostra i es poden obtenir resultats sobre un o diversos anàlisis. És per això que el programa ha de permetre a l'usuari desar els resultats obtinguts de l'anàlisi del pH en un experiment, i en un altre el nivell de concentració de solut a la dissolució.

L'eina informàtica que mostra aquests resultats ha de permetre també poder exportar totes les dades relacionades amb l'experiment d'una manera fàcil i intuïtiva.

5.3.4. Disseny de la base de dades

A continuació es mostra al lector un esquema bàsic de les principals relacions entre les diferents taules que formen la base de dades. Només es mostraran els camps de cada taula que es relacionen amb les altres taules.

5.3.4.1. Esquema de la base de dades

Un experiment pot estar format per diferents canals, una bomba, un mostrejador i un diari. Per un canal passa una dissolució a través d'un tub de bomba i una columna que conté un sòlid, tal i com es mostra a la figura 5.2. Tots aquests paràmetres del canal poden ser iguals o diferents entre diversos canals.

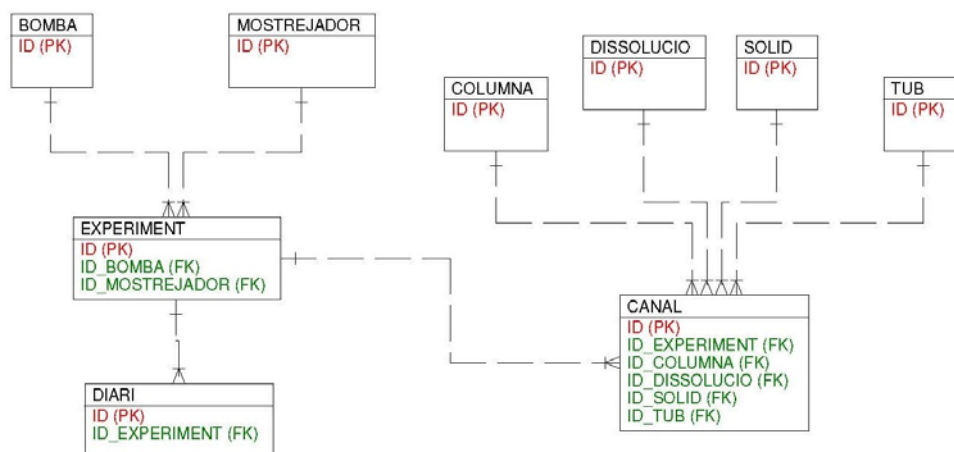


Figura 5.2. Estructura de la base de dades.



5.3.5. Control i connexió amb els aparells

Els aparells connectats i controlats per l'ordinador són les electrovàlvules, la bomba i el mostrejador.

5.3.5.1. GSIOC

Alguns dels aparells de la marca GILSON incorporen un port sèrie de comunicacions anomenat Gilson Serial Input Output Channel (GSIOC). Amb el GSIOC es pot connectar qualsevol d'aquests aparells amb un ordinador a través d'un canal de doble sentit. En definitiva, el GSIOC tradueix i envia una ordre de l'ordinador a l'aparell i d'aquest en rep la resposta i la tradueix a l'ordinador.

El GSIOC connecta amb els aparells mitjançant una interfície física i un protocol de comunicació. El driver converteix les ordres enviades pel programa en comandes programades a cada un dels aparells. La interfície física, el cable de comunicacions i el driver s'han comprat.

La falta d'actualització per part dels fabricant GILSON ha fet que el GSIOC no sigui compatible amb els sistemes operatius actuals. Aquest fet obliga a fer pràcticament des de zero un nou driver, tot i haver-ne comprat un a la marca.

El protocol de comunicació es troba a l'annex C, el driver de la bomba Minipuls 3 es troba a l'annex D i el driver del mostrejador FC 204 a l'annex E.

5.3.5.2. NI-DAQ

La tarja de control i d'adquisició de dades NI-6520 incorpora un software que permet crear un driver a mida de les funcions requerides pel projecte. En el present projecte és necessari que les electrovàlvules estiguin obertes un cert temps, calculat pel programa, resultat de dividir el volum de mostra entre el cabal del canal. És important que les electrovàlvules estiguin controlades en tot moment, per tant, s'han de poder tancar inclús quan estiguin prenent una mostra.

5.3.5.3. Funció de prendre una mostra

Un cop presa la primera mostra, el tub que uneix cada electrovàlvula amb el mostrejador quedarà ple de líquid. En el moment que es vulgui prendre la següent mostra, s'ha d'eliminar aquest líquid per a poder garantir uns resultats fiables i precisos. És per això que instants abans de prendre cada mostra, s'ha de buidar el líquid estancat d'aquest tub.



En cada muntatge experimental la distància entre les electrovàlvules i el mostrejador pot ser diferent. És per això que el programa ha de tenir en compte una variable de distància que es pugui modificar per l'usuari. Per tant, són necessàries dues variables A i B, on A és el volum del tub en mil·lilitres i B és el temps de seguretat mesurat en segons. Tant A com B són valors determinats per l'usuari experimentalment.

En el moment que faltin A+B segons, el mostrejador s'ha de situar al tub 000 i s'han d'obrir les electrovàlvules durant A segons. Un cop acabat, el mostrejador s'ha de situar al tub XXX per poder prendre la mostra. Un cop s'ha arribat a l'instant de la mostra, cada vàlvula s'ha d'obrir durant el temps que marqui el volum per mostra dividit pel cabal per a cada canal.

El mostrejador de GILSON FC 204 està preparat només per a un canal. Mecànicament s'ha aconseguit que es puguin prendre mostres de 8 canals però en detriment de la quantitat de mostres per rack. Per decidir en quin tub es pren la mostra s'ha de seguir l'ordre intern del mostrejador, segons la taula 5.5.

1	30	31	60	61	90	91	120	121	150	151	180	181	210	211	240
2	29	32	59	62	89	92	119	122	149	152	179	182	209	212	239
3	28	33	58	63	88	93	118	123	148	153	178	183	208	213	238
4	27	34	57	64	87	94	117	124	147	154	177	184	207	214	237
5	26	35	56	65	86	95	116	125	146	155	176	185	206	215	236
6	25	36	55	66	85	96	115	126	145	156	175	186	205	216	235
7	24	37	54	67	84	97	114	127	144	157	174	187	204	217	234
8	23	38	53	68	83	98	113	128	143	158	173	188	203	218	233
9	22	39	52	69	82	99	112	129	142	159	172	189	202	219	232
10	21	40	51	70	81	100	111	130	141	160	171	190	201	220	231
11	20	41	50	71	80	101	110	131	140	161	170	191	200	221	230
12	19	42	49	72	79	102	109	132	139	162	169	192	199	222	229
13	18	43	48	73	78	103	108	133	138	163	168	193	198	223	228
14	17	44	47	74	77	104	107	134	137	164	167	194	197	224	227
15	16	45	46	75	76	105	106	135	136	165	166	195	196	225	226

Taula 5.5. Numeració dels tubs del mostrejador per al rack 21.



Depenent del número de canals actius, el capçal del mostrejador ha de seguir les columnes marcades a cada una de les taules 5.6, 5.7 i 5.8

1	30	31	60	61	90	91	120	121	150	151	180	181	210	211	240
2	29	32	59	62	89	92	119	122	149	152	179	182	209	212	239
3	28	33	58	63	88	93	118	123	148	153	178	183	208	213	238
4	27	34	57	64	87	94	117	124	147	154	177	184	207	214	237
5	26	35	56	65	86	95	116	125	146	155	176	185	206	215	236
6	25	36	55	66	85	96	115	126	145	156	175	186	205	216	235
7	24	37	54	67	84	97	114	127	144	157	174	187	204	217	234
8	23	38	53	68	83	98	113	128	143	158	173	188	203	218	233
9	22	39	52	69	82	99	112	129	142	159	172	189	202	219	232
10	21	40	51	70	81	100	111	130	141	160	171	190	201	220	231
11	20	41	50	71	80	101	110	131	140	161	170	191	200	221	230
12	19	42	49	72	79	102	109	132	139	162	169	192	199	222	229
13	18	43	48	73	78	103	108	133	138	163	168	193	198	223	228
14	17	44	47	74	77	104	107	134	137	164	167	194	197	224	227
15	16	45	46	75	76	105	106	135	136	165	166	195	196	225	226

Taula 5.6. Tubs de posicionament del mostrejador per a 2 canals i rack 21.

1	30	31	60	61	90	91	120	121	150	151	180	181	210	211	240
2	29	32	59	62	89	92	119	122	149	152	179	182	209	212	239
3	28	33	58	63	88	93	118	123	148	153	178	183	208	213	238
4	27	34	57	64	87	94	117	124	147	154	177	184	207	214	237
5	26	35	56	65	86	95	116	125	146	155	176	185	206	215	236
6	25	36	55	66	85	96	115	126	145	156	175	186	205	216	235
7	24	37	54	67	84	97	114	127	144	157	174	187	204	217	234
8	23	38	53	68	83	98	113	128	143	158	173	188	203	218	233
9	22	39	52	69	82	99	112	129	142	159	172	189	202	219	232
10	21	40	51	70	81	100	111	130	141	160	171	190	201	220	231
11	20	41	50	71	80	101	110	131	140	161	170	191	200	221	230
12	19	42	49	72	79	102	109	132	139	162	169	192	199	222	229
13	18	43	48	73	78	103	108	133	138	163	168	193	198	223	228
14	17	44	47	74	77	104	107	134	137	164	167	194	197	224	227
15	16	45	46	75	76	105	106	135	136	165	166	195	196	225	226

Taula 5.7. Tubs de posicionament del mostrejador per a 3 i 4 canals i rack 21.

1	30	31	60	61	90	91	120	121	150	151	180	181	210	211	240
2	29	32	59	62	89	92	119	122	149	152	179	182	209	212	239
3	28	33	58	63	88	93	118	123	148	153	178	183	208	213	238
4	27	34	57	64	87	94	117	124	147	154	177	184	207	214	237
5	26	35	56	65	86	95	116	125	146	155	176	185	206	215	236
6	25	36	55	66	85	96	115	126	145	156	175	186	205	216	235
7	24	37	54	67	84	97	114	127	144	157	174	187	204	217	234
8	23	38	53	68	83	98	113	128	143	158	173	188	203	218	233
9	22	39	52	69	82	99	112	129	142	159	172	189	202	219	232
10	21	40	51	70	81	100	111	130	141	160	171	190	201	220	231
11	20	41	50	71	80	101	110	131	140	161	170	191	200	221	230
12	19	42	49	72	79	102	109	132	139	162	169	192	199	222	229
13	18	43	48	73	78	103	108	133	138	163	168	193	198	223	228
14	17	44	47	74	77	104	107	134	137	164	167	194	197	224	227
15	16	45	46	75	76	105	106	135	136	165	166	195	196	225	226

Taula 5.8. Tubs de posicionament del mostrejador per a 5, 6, 7 i 8 canals i rack 21.





6. MUNTATGE I AUTOMATITZACIÓ

6.1. Aspectes tècnics sobre el muntatge del sistema al laboratori

En aquest projecte resulta de vital importància detallar de manera exhaustiva el muntatge de tots els aparells al laboratori. Degut a aquest fet, s'explicarà detalladament, acompanyant l'explicació amb fotografies il·lustratives, de manera que l'usuari sigui capaç de muntar-ho sense ajuda externa.

Per a facilitar el muntatge al laboratori de tot el sistema automàtic, es detallarà l'ordre cronològic que s'ha considerat adequat per obtenir un muntatge òptim:

1) S'ha de connectar el SAI a la corrent elèctrica a través de la entrada principal de corrent del propi dispositiu "input", situada en la part inferior esquerra, de la part posterior.

2) S'ha de connectar l'armari refrigerador al SAI i seleccionar al display electrònic, situat en la part superior dreta, la temperatura que s'ha escollit com a constant per a l'experiment. Per a pujar la temperatura cal prémer contínuament el botó HIGH (botó amb una fletxa apuntant cap a dalt) que apareix en el display fins a seleccionar la temperatura desitjada, de manera anàloga amb el botó LOW (botó amb una fletxa apuntant cap a baix) per a baixar-la. Seguidament s'ha d'encendre la llum de neó interior, commutant l'interruptor situat entre la part superior de la porta de cristall i la cartel·la de plàstic, per augmentar la visibilitat.

Tot seguit s'han de situar les safates metàl·liques recobertes de material polimèric, en les esclotxes número 8, 13 i 30, successivament començant a comptar des de la part superior cap a la part inferior. La figura 6.1 mostra les esclotxes que permet fixar les safates.



Figura 6.1. Vista superior de les esclotxes per situar les safates metàl·liques.



3) Connectar els agitadors magnètics, com el mostrat a la figura 6.2, a les presses de corrent de l'armari refrigerador i situar-los de manera horitzontal en la safata número 8, a la part dreta. Seguidament accionar els commutadors situats en el costat dret de cada aparell, situar a sobre del plat d'acer de cada agitador una ampolla de vidre correctament tapada amb dissolució d'estudi i amb un imant al seu interior. A continuació, seleccionar les revolucions amb les que es vol agitar cada un dels agitadors.



Figura 6.2. Vista frontal d'un dels agitadors.

4) Abans de connectar la bomba a la pressa de corrent, s'han d'instal·lar els dos fusibles que porta per la part posterior, tal i com es mostra a la figura 6.3.



Figura 6.3. Vista dels fusibles abans de ser inserits a pressió.



Seguidament cal muntar el capçal de 8 vies, per aquest motiu cal un tornavís de cap pla i els dos cargols que s'adjunten amb la bomba. La figura 6.4 mostra la posició d'aquests cargols.

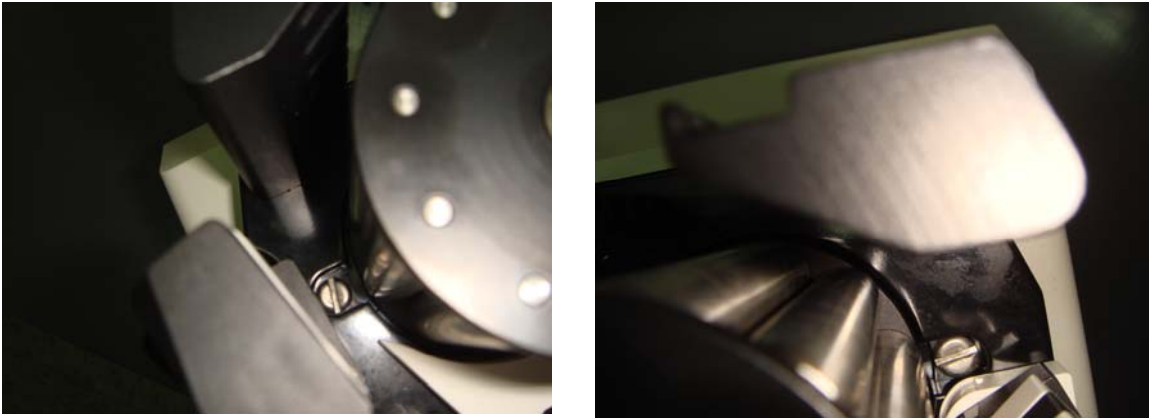


Figura 6.4. Situació dels dos cargols d'enclavament del capçal de 8 vies a la bomba .

Tot seguit s'ha de connectar la bomba a la presa de corrent de l'armari refrigerador i situar-la a la safata número 8, a la part esquerra. Acte seguit, connectar el cable femella RS-232, denominat a la bomba com GSIOC, situat per la part posterior de l'aparell i accionar l'interruptor també situat a la part posterior. Seguidament s'han de col·locar els tubs calibrats per colors tal i com es mostra a la figura 6.5, al capçal de la bomba i instal·lar els connectors metàl·lics a cadascuna de les puntes dels tubs pressionant amb força.

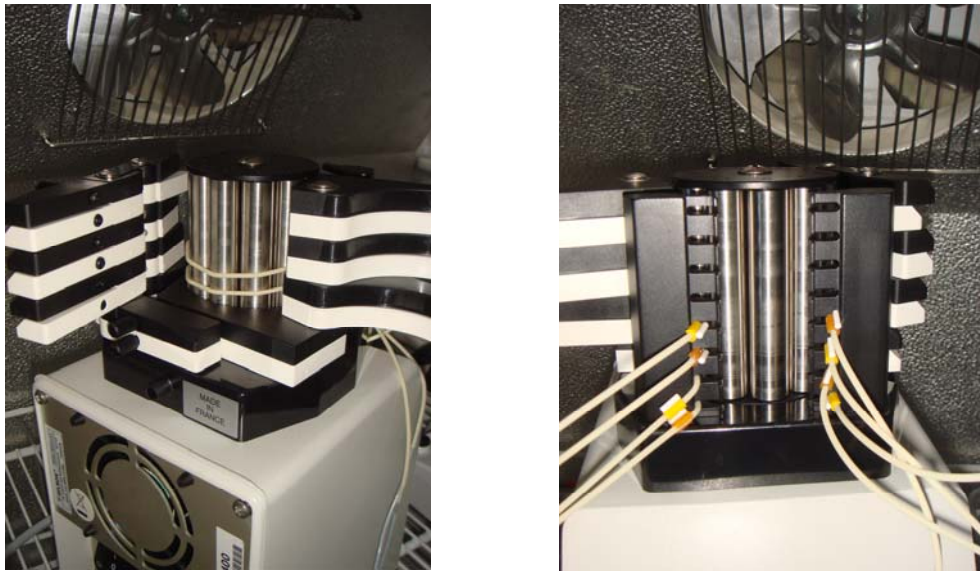


Figura 6.5. Col·locació dels tubs calibrats en cada un dels canals abans de prémer el tancament.

En aquest punt ja es poden accionar els tancaments de la bomba, vigilat que es pressioni correctament un tub per canal, i ajustar els cargols negres que posseeix per la part posterior.



Acte seguit ja es poden afegir els tubs de tefló de la mida adient que connectaran l'entrada de la bomba amb les ampolles de vidre situades a sobre dels agitadors. Per aquest motiu cal fer un petit forat per la part superior dels taps de les ampolles i passar el tub fins al fons de l'ampolla. Ara ja només caldrà connectar el tub de tefló a cada connector de la entrada de la bomba per on es vol impulsar el flux, pressionant amb força.

5) Per incorporar les columnes al muntatge, primerament s'han d'obrir desenroscant-les per la tija de plàstic més llarga. Tot seguit, s'ha d'afegir una petita quantitat de llana de vidre en l'extrem fix de la columna i a continuació la resina, ja pesada i en les condicions d'utilització que marqui el fabricant. Després s'ha de tornar a afegir un mica de llana de vidre i tancar la columna enroscant-la. Un cop preparada la columna, ja es poden afegir els connectors, que venen de fabrica amb cada una de les columnes enroscant-los a les puntes de les 2 tiges, tal i com s'observa a la figura 6.6.



Figura 6.6. Detall de la connexió roscada tija - columna.

Acte seguit, ja es poden muntar verticalment a la nevera situant-les entre les safates 8 i 13 i fixant-les amb uns suports de tefló per la part del darrera, de manera que es garanteixi la seva verticalitat. La figura 6.7 mostra el muntatge dins de la nevera.





Figura 6.7. Col·locació de les columnes verticalment a la nevera.

El tub d'entrada de la columna s'ha de connectar a la sortida de la bomba, a través dels connectors metàl·lics existents pressionant amb força. El tub de sortida de cada una de les columnes va directament a cada una de les electrovàlvules, a través dels connectors, tal i com s'observa a la figura 6.8.

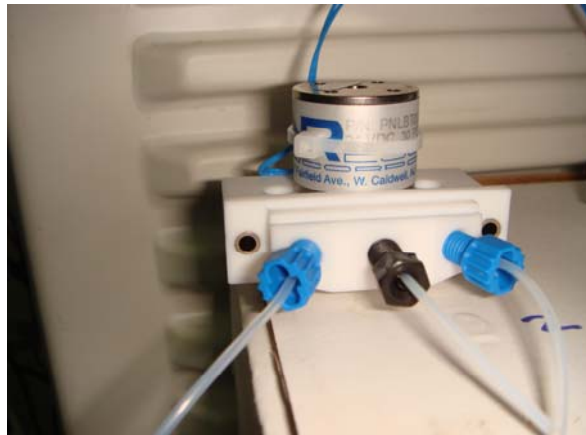


Figura 6.8. Connexió a detall d'una electrovàlvula.

6) Abans de connectar el recol·lector de fraccions a la pressa de corrent, s'han d'instal·lar els dos fusibles que porta per la part posterior, idènticament com s'ha realitzat amb la bomba peristàtica. Tot seguit s'ha de connectar el recol·lector a la pressa de corrent de l'armari refrigerador i situar-lo centradament a la safata número 30. Acte seguit, s'ha de connectar l'altre extrem, també femella del cable RS-232, denominat al recol·lector com GSIOC i accionar l'interruptor també situat a la part posterior.



Seguidament, per poder mostrejar, s'ha d'afegir la safata que assegura que els racks estaran completament horitzontals. Aquesta està connectada, mitjançant un tub de plàstic en la seva base, al cubell de rebuig per si hagués algun vessament. Cal destacar que els racks han d'estar plens de tubs de mostres, com es detalla a la figura 6.9, que subministri el fabricant.



Figura 6.9. Rack número 21 del fabricant Gilson ple de tubs de mostres.

En canvi, ja que el recol·lector no sempre mostreja, es necessita una petita safata i un tub de plàstic reconduït cap al bidó de rebuig, que reculli la dissolució d'estudi quan no s'ha de mostrejar, és a dir, quan el recol·lector està en posició "waste" o rebuig. Aquests tubs es poden veure a la figura 6.10.



Figura 6.10. Tubs de rebuig del recol·lector (safata i "waste") cap al bidó inferior.



Seguidament, s'ha de muntar el suport polimèric, que s'ha dissenyat i realitzat, al braç metàl·lic del recol·lector amb l'objectiu de poder optimitzar els vuit canals de què disposa el sistema. Per poder-ho muntar es necessita una clau anglesa i un tornavís de cap pla de petites dimensions. Només caldrà cargolar el suport en els dos forats que disposa el recol·lector, com s'observa a la figura 6.11.

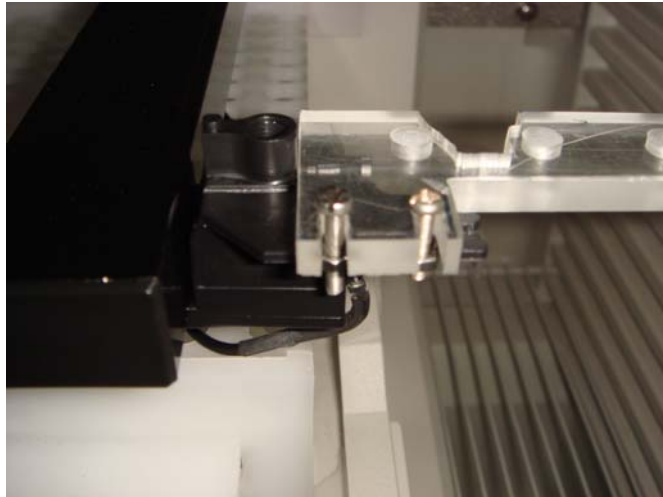


Figura 6.11. Muntatge de l'accessori al recol·lector de fraccions.

Per últim, s'haurà de connectar la sortida de les electrovàlvules fins a cada un dels canals de què disposa l'accessori. Per unir els dos tubs de tefló s'utilitzaran els connectors metàl·lics i s'enroscaran els terminals de plàstic. Cal destacar que per rosca els terminals en l'accessori es necessitarà una femella del mateix diàmetre. El muntatge s'observa a la figura 6.12.



Figura 6.12. Col·locació dels connectors de plàstic en els canals de l'accessori.



7) S'hauran de connectar les targetes d'adquisició de dades i de comunicació RS-232 per port PCI al computador. Seguidament, s'haurà d'instal·lar el programari específic d'automatització del sistema. Un cop realitzades aquestes accions, el computador es connectarà al SAI mitjançant un cable de corrent. La pantalla del computador, no serà necessària connectar-la al SAI, per tant, pot anar directament a qualsevol presa de corrent a través del cable que porta incorporat de sèrie. A la figura 6.13 s'il·lustra la connexió del cable SH 37F – 37M de la targeta de l'ordinador fins a l'adaptador femella CB – 37FH de la caps de les electrovàlvules, i el cable mascle RS-232 procedent del recol·lector i de la bomba.



Figura 6.13. Connexions del computador amb les electrovàlvules i el sistema bomba – recol·lector .

8) S'haurà de connectar la caps de les electrovàlvules, on estan incorporades les targetes CoolDrive i les connexions electròniques de les electrovàlvules, al SAI mitjançant un altre cable de corrent.

En aquest moment, l'usuari ha de calibrar la bomba peristàltica assegurant-se que la temperatura de l'armari refrigerador està estabilitzada al valor marcat prèviament. Per a realitzar-ho, es necessiten com a màxim 8 recipients, pesats prèviament en sec, per a poder recollir la dissolució que surt per cada canal. Quan s'accióni el sistema s'ha de mesurar el temps que triga en sortir la quantitat de dissolució que es considera adient. Tot seguit, s'ha de pesar i comprovar que el cabal per tots els canals que s'estan utilitzant és el mateix. Si no és així, s'han de cargolar (si es vol disminuir el cabal) o descargolar (si es vol incrementar el cabal) els cargols negres situats a la part posterior de la bomba peristàltica per a cada canal.



Per últim, a la figura 6.14 es dóna una idea a l'usuari de com ha de resultar el muntatge final.



Figura 6.14. Muntatge final en el laboratori.





7. AVALUACIÓ ECONÒMICA DEL PROJECTE. PRESSUPOST

En aquest capítol es detallen quins han estat els diferents costos associats al projecte, desglossant-los en tres grans grups: recursos humans, costos de la part experimental i altres. A continuació es presenta un anàlisi detallat de cada un d'ells.

7.1. Costos derivats dels recursos humans

Dintre dels costos del projecte associats als recursos humans, s'inclouen els honoraris dels professionals necessaris per a portar-lo a terme. Depenent de la fase que s'hagi de realitzar, els costos associats variaran, en realitzar-se per personal amb diferent qualificació. A la taula 7.1. es detallen les hores i el cost associat a cada una de les diverses fases del projecte.

RECURSOS HUMANS			
ACTIVITAT	QUANTITAT (h)	COST UNITARI (€/ h)	COST TOTAL (€)
Recerca i estudi bibliogràfic	100	35	3500
Treball experimental	150	25	3750
Muntatge de l'equip de laboratori	200	25	5000
Estudi i disseny del programari	300	35	10500
Redacció de la memòria	100	25	2500
COST TOTAL RECURSOS HUMANS			25250

Taula 7.1. Costos derivats dels recursos humans



7.2. Costos derivats de la part experimental

Els costos de la part experimental mostrats a la taula 7.2. es poden desglossar en dos grans grups: el cost dels reactius i espècies químiques necessàries durant l'experimentació i el cost dels equips de laboratori, incloent-hi les diverses proves que s'han de dur a terme per a verificar els resultats.

PART EXPERIMENTAL			
Reactius	QUANTITAT	COST UNITARI (€)	COST TOTAL (€)
Resina MN200	20 g	Mostra gratuïta	-
Resina XZ-91419	20 g	Mostra gratuïta	-
Fenol	50 g	Mostra gratuïta	-
Pentaclorofenol	50 g	Mostra gratuïta	-
Llana de vidre	10 g	Mostra gratuïta	-
Equips de Laboratori	QUANTITAT (unitats)	COST UNITARI (€/ unitat)	COST TOTAL (€)
Armari refrigerador SELECTA Medilow LG	1	2340	2340
Recolector de fraccions GILSON FC 204	1	5205	5205
Bomba peristàtica GILSON Minipuls-3	1	1330	1330
Capçal de 8 canals GILSON Minipuls-3	1	1276	1276
Tubs connexió Pharmed GILSON	1	140	140



Tubs connexió Tefló GILSON	1	68	68
Connectors GILSON	5	99,20	496
Agitador HEIDOLPH Hei-Mix L	2	433	866
Ampolla circular VIDRAFOC 1 litre	4	3	12
Imans per agitador magnètic PTFE	8	4	32
Tubs per recolector 10ml 13x100 mm	250	0,10	25
Tarjeta NI + Accesoris connectivitat	1	350	350
Columnes OMNIFIT + joc connectors	8	185	1480
Electrovàlvules NResearch PNLBT032	8	79,50	636
Cooldrive NResearch 225D5X24	2	115	230
Joc connectivitat NResearch	3	22	66
Drivers + cable connectivitat GILSON	1	1035	1035
Tub tefló GILSON 5 metres	2	24	48



Ordinador	1	720	720
SAI Back UPS-500 CS	1	110	110
Material general de laboratori	-	-	100
Espectrofotòmetre	QUANTITAT (h)	COST UNITARI (€/h)	COST TOTAL (€)
Anàlisi UV-VIS	10	15	150
COST TOTAL PART EXPERIMENTAL			16715

Taula 7.2. Costos derivats de la part experimental

7.3. Altres costos

Dintre d'aquest grup d'altres costos, tal i com es mostra a la taula 7.3, s'inclouen les despeses per explotació del muntatge automàtic com per exemple la gestió dels residus, l'aigua necessària, la llum, etc.

ALTRES COSTOS	
DESCRIPCIÓ	COST TOTAL (€)
Material d'oficina	50
Material informàtic i suport tècnic	300
Despeses generals: llum, aigua, gestió rebuig, climatització, etc.	450
COST TOTAL ALTRES	800

Taula 7.3. Altres costos



7.4. Cost total del projecte

El cost total del projecte, detallat a la taula 7.4, s'obté sumant el cost dels recursos humans, el cost de la part experimental (cost dels equips + cost dels productes químics) i els costos totals d'altres despeses.

PRESSUPOST TOTAL DEL PROJECTE	
Cost total dels recursos humans	25250 €
Cost total part experimental	16715 €
Cost total altres	800 €
Subtotal	42765 €
Imprevistos (+10%)	4277 €
COST TOTAL DEL PROJECTE	47042 €

Taula 7.4. Cost total del projecte

EL COST TOTAL DEL PRESENT PROJECTE ASCENDEIX A LA QUANTITAT DE QUARANTA-SET MIL QUARANTA-DOS EUROS (47042 €).





CONCLUSIONS

L'objectiu principal del present projecte ha estat dissenyar un sistema automàtic en continu que permeti l'estudi de l'eliminació de compostos orgànics, especialment fenòlics, en els efluent industrial o en aigües subterrànies, a través de barreres reactives permeables basades en resines impregnades amb extractants bàsics o amb solvatants.

Les conclusions obtingudes després de la finalització del present projecte es presenten a continuació.

Primera. Un cop s'ha dissenyat el sistema i s'ha decidit quins aparells i dispositius de laboratori s'adeqüen més a les necessitats del projecte, les principals marques subministradores triguen molt temps en servir aquests aparells, fet que provoca l'endarreriment de la planificació d'experimentació.

Segona. Existeix una gran dificultat alhora d'adquirir nous aparells de laboratori, que puguin treballar en continu o a temps real. Aquests no solen estar preparats per a connectar-los a un computador, ni amb els propis dispositius de comunicació màquina – computador, fet que provoca una gran dificultat a l'usuari per tal del seu control, havent d'elaborar nous protocols de comunicació i drivers.

Tercera. El fet d'innovar un sistema integral de control, provoca la necessitat de crear un programari molt específic que s'ha de dissenyar sota unes especificacions ben definides, tant de llenguatge de programació com d'interfície.

Quarta. El programari ha estat d'elaboració molt complexa, ja que ha de controlar tots els aparells conjuntament, quan cada un d'ells és d'una marca comercial diferent i utilitzen llenguatges de programació intern completament diferents (C++, LabView, etc.),

Cinquena. S'observa que el fet de disposar d'una eina informàtica capaç d'experimentar en continu automàticament, permet controlar paràmetres característics del sistema en funció del temps, amb l'estalvi de temps, diners i treball pertinents. Cal destacar que aquests tipus de sistemes faciliten la manipulació dels dispositius de laboratori i, fins i tot, permeten anotar certs comportaments del sistema d'estudi amb més facilitat.

Sisena. El gran nombre de mostres que es poden prendre, de manera automàtica i segons el criteri desitjat per l'usuari, amb aquest sistema permet aproximar més els resultats a la realitat. També s'augmenta la comoditat de la presa de mostres, ja que el programari avisa de quan queda per finalitzar la presa de mostra actual o si s'ha de canviar un rack que ja està ple.



Setena. La versatilitat amb què s'han dissenyat tant el sistema automàtic com el programari, permet que puguin ser utilitzats en qualsevol tipus d'experiments en columna, encara que estiguin basats en sistemes reactius diferents al d'adsorció i que es puguin aplicar a l'anàlisi del comportament d'altres compostos (orgànics o inorgànics).

Vuitena. Un disseny i programari del sistema automàtic adient, permet estudiar el comportament dels processos de sorció en l'eliminació de microcontaminants orgànics, amb resultats molt satisfactoris. Aquest fet provoca que en un futur és pugui investigar més fàcilment en aquest camp i es pugui predir el comportament, amb l'objectiu de disminuir al màxim la concentració d'aquests contaminants en els efluent industrial o aigües subterrànies.





AGRAÏMENTS

En primer lloc, voldríem agrair a la nostra directora de projecte Dra. Adriana Farran, tot el suport i ajuda que ens ha proporcionat durant aquests mesos de treball, així com l'ajuda que també ens han proporcionat en Cèsar Valderrama i la Michelle Lara.

També voldríem agrair la amabilitat rebuda per tot el Departament d'Enginyeria Química i pel Laboratori Comú d'Enginyeria Mecànica de l'Escola Tècnica Superior d'Enginyeria Industrial de Barcelona. En particular ens agradaria destacar la intensa col·laboració del Sr.Xavier Riera sense el qual tot hagués estat molt més difícil de portar a terme.

Cal agrair a l'empresa Inforserveis SL, tota l'ajuda rebuda en l'àmbit del programari i posada en marxa del sistema automatitzat.

Finalment, donem les gràcies al projecte del ministeri "Desarrollo de Procesos de extracción para la Eliminación y recuperación de Micro-contaminantes Inorgánicos y Orgánicos en efluentes industriales (PREMIO) y MCYT Programa de Procesos Químicos (Ministerio de Educación y Ciencia de Espanya)".

Molt especialment volem agrair a les nostres famílies i amics tot el suport i comprensió proporcionat durant aquests llargs mesos de projecte.

A tots, moltes gràcies.

Pau Barca

Ricardo Mata





BIBLIOGRAFIA

Referències bibliogràfiques

DE LA SOTA, J, [et al.]. *Tratamientos avanzados de aguas residuales industriales, Informe de vigilancia tecnológica*. CITME (Círculo de Innovación en Tecnologías Medioambientales y Energía). Universidad Rey Juan Carlos Madrid, 2006.

DUONG, D. *Adsorption Analysis: Equilibria and Kinetics*. Imperial College Press, 1998.

KEELY, J.P. *Performance Evaluations of Pump-and-Treat Remediations*. EPA Ground Water Issue, 2005, 4-92.

MARIJUAN DE SANTIAGO, L. *Cinética de adsorción de compuestos fenólicos en disolución acuosa sobre carbón activo*. Universidad Complutense de Madrid, 1988.

PARK, C. *The Environment Principles and Applications*. Routledge, 1997, 223-235.

POWELL, R.M. *Proton Generation by Dissolution of Intrinsic or Augmented Aluminosilicate Minerals for in Situ Contaminant remediation by Zero-Valence-State Iron*. Environmental Science & Technology, 1997, Vol 31-32, 2136-2150.

PULS, R. *Permeable Reactive Barrier Technologies for Contaminant Remediation*. U. S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Subsurface Protection and Remediation Division National Risk Management Research Laboratory. Oklahoma, Washington DC, 1998.

RUIZ, P. *Estudi del procés d'adsorció en carbó actiu granular per eliminar colorants tèxtils*. Tesis Doctoral. Universitat Autònoma de Barcelona, 2006.

SCHAD, H. *Funnel-and-Gate Systems for In Situ Treatment of Contaminated Groundwater at Former Manufactured Gas Plant Sites*. Critical Reviews in Microbiology, 2000, Vol. 6 210-279.

SERAROLS FONT, J. *Adsorció d'or i zinc amb resines impregnades XAD-2. Superfície d'Equilibri, un nou concepte per a l'adsorció*. Tesis Doctoral. Universitat de Girona, 2001.



Pàgines web

www.adsorption.org/. Data consulta: Abril 2007

www.carbonactivo.com. Data de consulta: Maig 2007

www.directindustry.es. Data de consulta: Juny 2007

www.gencat.net. Data de consulta: Maig 2007

www.medioambiente.gov.ar. Data de consulta: Octubre 2007

www.mma.es. Data de consulta: Juny 2007

www.mtas.es. Data de consulta: Maig 2007

www.textoscientificos.com. Data de consulta: Setembre 2007

www.uclm.es. Data de consulta: Novembre 2007

Bibliografia complementària

ARTIGAS C. i LLENAS L. *Eliminació de microcontaminants orgànics d'aigües residuals mitjançant processos de sorció*. Projecte de final de carrera. Universitat Politècnica de Catalunya, 2007.

BLOWES, D.W. *Treatment of inorganic contaminants using permeable reactive barriers*. *Journal of Contaminant Hydrology*. Chicago, 2000, 120-145.

INSTITUT CATALÀ D'ENERGIA. *Gestió de l'aigua a la indústria. Estalvi i depuració*. Generalitat de Catalunya. Barcelona, 1998.

METCALF, E. *Tratamiento, evacuación y reutilización de aguas residuales*. Colombia, 1994.

RIPQPT. Registro Internacional de Productos Químicos Potencialmente Tóxicos. Pentaclorofenol y Pentaclorofenato de sodio. Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente (PNUMA), 1990, 30-48.

SERRA BIGAS, E. *Adsorbents a partir de fangs biològics excedents de depuradora mitjançant l'aplicació de microones: estudi d'obtenció, caracterització i aplicació en fase líquida*. Tesis doctoral. Universitat de Girona, 2003.



SIRVENT, G. Desenvolupament de mètodes de determinació de compostos fenòlics en aigües i sòls. Caracterització dels processos d'adsorció en diferents tipus de sòls. Tesis Doctoral. Universitat de Girona, 2005.

SOTELO, J.L, [et al.]. *Eliminación de compuestos organoclorados para potabilización de aguas mediante un proceso de adsorción – regeneración en carbón activo*. Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Complutense de Madrid, 2005.

VALDERRAMA, C.A. *Micro-pollutants remediation from soil and groundwater by In-situ treatment technologies*. Tesi doctoral. Universitat Politècnica de Catalunya, 2007.



