



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Estudios de Postgrado
Maestría en Artes en Gestión Industrial

**IMPLEMENTACIÓN DE LA METODOLOGÍA DE ANALIZADORES EN LÍNEA, PARA LA
DETERMINACIÓN DE SUSTANCIAS INDESEABLES EN PROCESO, EN UNA EMPRESA DE
PURIFICACIÓN DE DIÓXIDO DE CARBONO LÍQUIDO**

Inga. Rosa Irene Rangel Flores

Asesorado por: M.Sc. Inga. Astrid Desirée Argueta del Valle

Guatemala, septiembre de 2019

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**IMPLEMENTACIÓN DE LA METODOLOGÍA DE ANALIZADORES EN LÍNEA, PARA LA
DETERMINACIÓN DE SUSTANCIAS INDESEABLES EN PROCESO, EN UNA EMPRESA DE
PURIFICACIÓN DE DIÓXIDO DE CARBONO LÍQUIDO**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

INGA. ROSA IRENE RANGEL FLORES

ASESORADO POR: M.Sc. INGA. ASTRID DESIRÉE ARGUETA DEL VALLE

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

MAESTRA EN ARTE EN GESTIÓN INDUSTRIAL

GUATEMALA, SEPTIEMBRE DE 2019

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANA	Inga. Aurelia Anabela Córdova Estrada
VOCAL I	Ing. José Francisco Gómez Rivera
VOCAL II	Ing. Mario Renato Escobedo Martínez
VOCAL III	Ing. José Milton de León Bran
VOCAL IV	Br. Luis Diego Aguilar Ralón
VOCAL V	Br. Christian Daniel Estrada Santizo
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANA	Mtra. Inga. Aurelia Anabela Córdova Estrada
EXAMINADORA	Dra. Aura Marina Rodríguez de Peña
EXAMINADOR	Mtro. Ing. Edgar Darío Álvarez Cotí
EXAMINADORA	Mtra. Inga. Astrid Desirée Argueta del Valle
SECRETARIO	Mtro. Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

IMPLEMENTACIÓN DE LA METODOLOGÍA DE ANALIZADORES EN LÍNEA, PARA LA DETERMINACIÓN DE SUSTANCIAS INDESEABLES EN PROCESO, EN UNA EMPRESA DE PURIFICACIÓN DE DIÓXIDO DE CARBONO LÍQUIDO

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Postgrado de la Facultad de Ingeniería, con fecha 31 de julio de 2016.

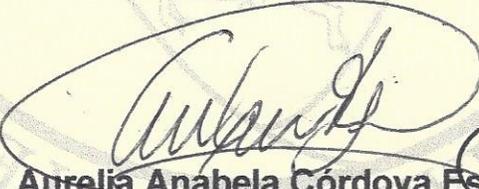
Inga. Rosa Irene Rangel Flores

EEPFI-688-2019

En mi calidad como Decana de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Estudios de Postgrado, al Trabajo de Graduación de la Maestría en Artes en Gestión Industrial-Retalhuleu titulado: **“IMPLEMENTACIÓN DE LA METODOLOGÍA DE ANALIZADORES EN LÍNEA, PARA LA DETERMINACIÓN DE SUSTANCIAS INDESEABLES EN PROCESO, EN UNA EMPRESA DE PURIFICACIÓN DE DIÓXIDO DE CARBONO LÍQUIDO”** presentado por el Ingeniera en Alimentos Rosa Irene Rangel Flores quien se identifica con Carné 9040390, procedo a la autorización para la impresión del mismo.

IMPRÍMASE.

“Id y Enseñad a Todos”


Inga. Aurelia Anabela Córdova Estrada
Decana
Facultad de Ingeniería
Universidad de San Carlos de Guatemala



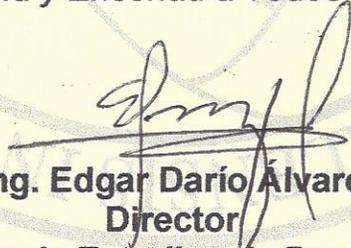
Guatemala, octubre de 2019

EPPFI-689-2019

En mi calidad de Director de la Escuela de Estudios de Postgrado de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen y verificar la aprobación del Revisor y la aprobación del Área de Lingüística al Trabajo de Graduación titulado: **“IMPLEMENTACIÓN DE LA METODOLOGÍA DE ANALIZADORES EN LÍNEA, PARA LA DETERMINACIÓN DE SUSTANCIAS INDESEABLES EN PROCESO, EN UNA EMPRESA DE PURIFICACIÓN DE DIÓXIDO DE CARBONO LÍQUIDO”** presentado por la Ingeniera en Alimentos **Rosa Irene Rangel Flores** quien se identifica con Carné **9040390**, correspondiente al programa de Maestría en Artes en Gestión Industrial-Retalhuleu; apruebo y autorizo el mismo.

Atentamente,

“Id y Enseñad a Todos”



Mtro. Ing. Edgar Darío Álvarez Coti
Director

Escuela de Estudios de Postgrado
Facultad de Ingeniería
Universidad de San Carlos de Guatemala

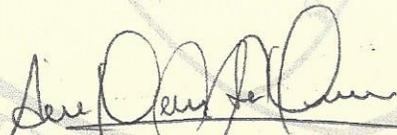


Guatemala, octubre de 2019

Como Coordinadora de la Maestría en Artes en Gestión Industrial-Retalhuleu, doy el aval correspondiente para la aprobación del Trabajo de Graduación titulado: **“IMPLEMENTACIÓN DE LA METODOLOGÍA DE ANALIZADORES EN LÍNEA, PARA LA DETERMINACIÓN DE SUSTANCIAS INDESEABLES EN PROCESO, EN UNA EMPRESA DE PURIFICACIÓN DE DIÓXIDO DE CARBONO LÍQUIDO”** presentado por la Ingeniera en Alimentos Rosa Irene Rangel Flores quien se identifica con Carné **9040390**.

Atentamente,

“Id y Enseñad a Todos”



Mtra. Inga. Astrid Desirée Argueta del Valle
Coordinadora de Maestría
Escuela de Estudios de Postgrado
Facultad de Ingeniería
Universidad de San Carlos de Guatemala



Guatemala, octubre de 2019

EPPFI-691-2019

En mi calidad como Asesor de la Ingeniera en Alimentos **Rosa Irene Rangel Flores** quien se identifica con Carné **9040390** procedo a dar el aval correspondiente para la aprobación del Trabajo de Graduación titulado: **“IMPLEMENTACIÓN DE LA METODOLOGÍA DE ANALIZADORES EN LÍNEA, PARA LA DETERMINACIÓN DE SUSTANCIAS INDESEABLES EN PROCESO, EN UNA EMPRESA DE PURIFICACIÓN DE DIÓXIDO DE CARBONO LÍQUIDO”** quien se encuentra en el programa de Maestría en Artes en Gestión Industrial-Retalhuleu en la Escuela de Estudios de Postgrado de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Atentamente,

“Id y Enseñad a Todos”


Mtra. Inga. Astrid Desirée Argueta del Valle
Asesora

Astrid Desirée Argueta del Valle
MSc Ingeniera en Alimentos
Colegiado 865

Guatemala, octubre de 2019

ACTO QUE DEDICO A:

Nuestro Señor

Por su gran bondad e infinita misericordia.

Mi esposo

Por su apoyo incondicional, paciencia y amor.

Mis hijos

Que este esfuerzo sea un ejemplo a seguir en su preparación académica para servir a la sociedad y a nuestra querida patria Guatemala.

AGRADECIMIENTOS A:

Empresa purificadora de dióxido de carbono	Por darme la oportunidad de realizar el presente trabajo de investigación en sus instalaciones.
Mis catedráticos	Por el conocimiento transmitido y experiencias compartidas que complementan mi formación académica y me ser persona.
M.Sc. Ing. Murphy Paiz y M.Sc. Inga. Astrid Argueta	Por su gestión y apoyo al acercarnos al departamento, la academia, a través de este postgrado.
Doctora	Aura Marina Rodríguez, por su paciencia y generosidad, al brindarme su apoyo en el desarrollo de este trabajo de investigación.
MAIES, MBA y M.Sc. Sergio Molina	Por compartir información valiosa de su ser investigador y que sirvió como un ladrillo más en la construcción de este estudio.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	VII
LISTA DE SÍMBOLOS	XI
GLOSARIO	XIII
RESUMEN.....	XIX
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	XXI
OBJETIVOS.....	XXIII
RESUMEN DEL MARCO METODOLÓGICO	XXV
INTRODUCCIÓN.....	XXVII
1. MARCO TEÓRICO.....	1
1.1. Empresa de purificación de dióxido de carbono	1
1.1.1. Información general de la empresa.....	2
1.1.2. La producción de dióxido de carbono y los requerimientos del cliente	2
1.2. Dióxido de carbono.....	3
1.2.1. Fuentes de obtención de dióxido de carbono	4
1.2.2. Impurezas más comunes en el CO ₂	10
1.2.3. Proceso de recuperación de dióxido de carbono de la fermentación y purificación.....	11
1.2.4. Producción de CO ₂ por destilación a baja temperatura.....	16
1.2.5. Usos del dióxido de carbono	17
1.2.6. Tipo de medidores de impurezas en el CO ₂	22
1.3. Analizadores en línea:	23
1.3.1. Los tipos de medidores en línea son:.....	24

1.3.1.1.	Modelo 4020: analizador de total de hidrocarburos	24
1.3.1.2.	Modelo 4060: Analizador de acetaldehído, benceno, y metanol.....	25
1.3.1.3.	Modelo 6200: analizador H ₂ S fluorescencia UV	27
2.	DESARROLLO DE LA INVESTIGACIÓN	29
2.1.	Para verificar el objetivo número uno: “Identificar las sustancias indeseables que se encuentran presentes en el proceso de purificación de dióxido de carbono”	29
2.2.	Para alcanzar el objetivo número dos: “Analizar los gases patrón y de operación para calibración y funcionamiento de los analizadores en línea”	29
2.3.	Para el logro del objetivo número tres: “Estandarizar el procedimiento de calibración y operación del proceso de purificación de dióxido de carbono utilizando la metodología de analizadores en línea”	30
2.4.	Para verificar el objetivo número cuatro: “Aplicar la metodología de analizadores en línea, en el proceso de purificación de dióxido de carbono”	30
2.5.	Para alcanzar el objetivo número cinco: “Evaluar los beneficios de la implementación de monitoreo en línea en el proceso de purificación de dióxido de carbono”	30
3.	PRESENTACIÓN DE RESULTADOS.....	33
3.1.	Para alcanzar el objetivo número uno: “Identificación de sustancias indeseables que se encuentran presentes en el proceso de purificación de dióxido de carbono”, se	

	describen los principios de funcionamiento de cada uno de los analizadores en línea	33
3.1.1.	Determinación de hidrocarburos totales, a partir de Modelo 4020 analizador de total de hidrocarburos	33
	3.1.1.1. Principio de operación	33
	3.1.1.2. Teoría operacional.....	34
3.1.2.	Modelo 4060 analizador de acetaldehído, metanol y benceno o GC PRO FID.....	40
	3.1.2.1. Aplicaciones.....	41
	3.1.2.2. Principio de operación:	42
3.1.3.	Modelo 6200: Analizador H ₂ S fluorescencia UV	48
3.2.	Para alcanzar el objetivo número dos: “Analizar los gases patrón y de operación que se necesitan para calibración y funcionamiento de los analizadores en línea”:.....	49
3.3.	Para el logro del objetivo número tres: “Estandarizar el procedimiento de calibración y operación del proceso de purificación de dióxido de carbono utilizando la metodología de analizadores en línea”, se describen cada una de las metodologías de analizadores en línea de acuerdo al manual de uso de la manera siguiente:	50
3.3.1.	Analizador 4020: analizador de hidrocarburos totales equivalentes a metano, para procedimiento de calibración y operación deben seguirse los lineamientos siguientes.....	51
	3.3.1.1. Calibración.....	51
	3.3.1.2. Procedimiento de operación:	55
3.3.2.	Analizador 4060: Analizador de benceno, acetaldehído y metanol	58

3.3.2.1.	Calibración	58
3.3.2.2.	Procedimiento de operación:.....	61
3.3.3.	Analizador 6200T: analizador de azufre total	62
3.3.3.1.	Calibración	62
3.3.3.2.	Procedimiento de operación.....	63
3.4.	Para el logro del objetivo número cuatro: “Aplicar la metodología de analizadores en línea en el proceso de purificación de dióxido de carbono”, se procedió de la manera siguiente:.....	64
3.4.1.	Aplicación de metodología de calibración y operación de analizador 4020 total de hidrocarburos:.....	64
3.4.2.	Aplicación de la metodología de calibración y operación de analizador 6200T total de azufre como sulfuro de hidrógeno:	65
3.4.3.	Aplicación de la metodología de calibración y operación de analizador 4060 determinación de acetaldehídos (ACA), metanol (MeOH) y benceno (BZN):	65
3.5.	Evaluación de los beneficios de la implementación de monitoreo en línea en proceso de purificación de dióxido de carbono, se hizo a través de la siguiente propuesta de la investigación:	70
3.6.	Propuesta de monitoreo en línea del proceso de purificación de dióxido de carbono	70
4.	DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	71
4.1.	Análisis interno	72
4.2.	Análisis externo	74

CONCLUSIONES	79
RECOMENDACIONES.....	81
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	83
APÉNDICES	87
ANEXOS.....	91

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Diagrama de fases del dióxido de carbono	91
2.	Proceso de calcinación de cal y obtención de CO ₂	93
3.	Fermentación alcohólica	94
4.	Contaminantes máximos en ppm (v/v) de los tres grados de pureza disponibles en forma industrial.....	96
5.	Diagrama de flujo purificación de CO ₂	98
6.	Detectores para cromatografía de gaseosa	99
7.	Modelo 4020 analizador de total de hidrocarburos	100
8.	Modelo 4060 analizador de benceno, acetaldehído y metanol	101
9.	Modelo 6200 analizador H ₂ S fluorescencia UV.....	102
10.	Sistema de muestras de gas con válvulas AutoCal opcionales	103
11.	Sistema de muestras de gas sin válvulas AutoCal opcionales.....	104
12.	Celda de ionización de llama	105
13.	Vista interior del gabinete.....	106
14.	Analizador 4060 benceno, acetaldehído y metanol.....	107
15.	Panel frontal de GCP-Pro.....	108
16.	Certificado de calidad de gas patrón metano	110
17.	Certificado de calidad de gas patrón dióxido de carbono.....	111
18.	Certificado de calidad de gas patrón sulfuro de hidrógeno	112
19.	Certificado de calidad de gas patrón acetaldehído, metanol y benceno	113
20.	Certificado de calidad de gas de operación de aire analítico grado cero	114

21.	Certificado de calidad de gas de operación de hidrógeno UHP.....	115
22.	Certificado de calidad de gas de operación de nitrógeno UHP.....	116
23.	Panel de presión y flujo de entrada de dióxido de carbono vaporizado a rack de analizadores 4020, 4060 y 6200T.....	117
24.	Verificación de parámetros de analizador 4020 total de hidrocarburos y calibración.....	118
25.	Verificación de parámetros de analizador 4060 (acetaldehídos, benceno y metanol) y calibración.....	120
26.	Verificación de parámetros de analizador 6200T (azufre total como sulfuro de hidrógeno) y calibración	125
27.	Lista de asistencia de personal capacitado en operación y calibración de analizadores en línea.....	127
28.	Aplicación de calibración y operación de analizador 4060 (ACA-MeOH-BZN).....	128

TABLAS

I.	Fuentes de gas crudo y potenciales impurezas	92
II.	Algunos compuestos volátiles presentes en la fermentación alcohólica.....	95
III.	Directrices de calidad para el CO ₂ grado bebidas.	97
IV.	Concentración de gases patrón	109
V.	Formato: Lista de verificación de revisión de gases de operación, gases patrón y calibración de analizadores en línea	131
VI.	Registro de calibración de analizadores en línea y verificación de gases patrón y de operación agosto	132
VII.	Registro de calibración de analizadores en línea y verificación de gases patrón y de operación agosto	133

VIII.	Registro de calibración de analizadores en línea y verificación de gases patrón y de operación septiembre	134
IX.	Registro de calibración de analizadores en línea y verificación de gases patrón y de operación septiembre	135

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
ADP	Siglas de adenosin difosfato
ATP	Siglas de trifosfato de adenosina o adenosintrifosfato
Al ₂ O ₃	Alúmina u óxido de aluminio
CaO	Óxido de calcio
cc	Centímetro cúbico
COS	Sulfuro de carbonilo
Fe ₂ O ₃	Óxido de hierro (III)
Hz	Hertz
H ₂ S	Sulfuro de hidrógeno
kPa	Kilopascal
Kg	Kilogramo
kBps	Kilobytes por segundo
L	Litro
LED	Light-emitting diode o diodo emisor de luz
LDL	lower detectable limit
LCD	(<i>Liquid Crystal Display</i>) pantalla de cristal líquido
MeOH	Metanol
MgO	Óxido de magnesio
Min	Minuto
mm	Milímetro
MSD	Gas (<i>Mass and spectrometry detection</i>)

Símbolo	Significado
NAD+	Dinucleótido de nicotinamida y adenina en su forma oxidada
NADH	Dinucleótido de nicotinamida y adenina en su forma reducida
NO _x	Óxidos de nitrógeno
pH	Potencial de iones hidrógeno
ppm	Partes por millón
ppb	Partes por billón
psig	<i>Gauge Pounds per Square Inch</i>
SCFH	<i>Standard cubic feet per hour</i> (caudal en pies cúbicos estándar por hora)
SiO ₂	Óxido de Silicio (IV) o dióxido de silicio
SO _x	Óxidos de azufre
THC	Total hydrocarbons
TiO ₂	Óxido de titanio
UHP	<i>Ultra High Pressure</i> (Ultra alta presión)
USB	<i>Universal serial bus</i>
UV	Ultra violeta
VAC	<i>Voltage Alternating Current</i> (voltaje de corriente alterna)
VDC	<i>Voltage Direct Current</i> (voltaje de corriente directa)
ZnO	Óxido de zinc

GLOSARIO

ACA	El etanal o acetaldehído es un compuesto orgánico de fórmula CH_3CHO .
Anaeróbica:	Que se produce sin la utilización de oxígeno libre.
Biogénesis:	Es el proceso fundamental de los seres vivos que produce otros seres vivos.
BZN	Es un hidrocarburo aromático de fórmula molecular C_6H_6 , también es conocido como bencol.
CI	<i>Chemistry Ionization</i> o ionización química, procedimiento a través del cual se generan iones (un átomo o una molécula que dispone de carga eléctrica, a partir de ganar o de perder una cierta cantidad de electrones).
COS	Es una molécula lineal consistente en un grupo carbonilo unido mediante un enlace doble a un átomo de azufre.
Criogénica:	Conjunto de técnicas utilizadas para enfriar un material a la temperatura de ebullición del nitrógeno o a temperaturas aún más bajas.

Deodorización:	Procesos que eliminan de una corriente gaseosa los compuestos que provocan los malos olores.
Destilación:	Es una técnica de separación de sustancias que permite separar los distintos componentes de una mezcla.
Dióxido de carbono	Es un gas incoloro, compuesto químico que está compuesto de un átomo de carbono unido con enlaces covalentes dobles a dos átomos de oxígeno (CO ₂).
Fermentación	Es un proceso catabólico de oxidación incompleta, que no requiere oxígeno, y cuyo producto final es un compuesto orgánico.
FID	<i>Flame Ionization Detector</i> o detector de ionización de llama, detector utilizado en cromatografía de gases.
GC	<i>Gas Chromatography</i> o cromatografía de gases, es un tipo común de cromatografía utilizada en química analítica para separar y analizar compuestos que pueden vaporizarse sin descomposición.
GC/MSD	<i>Gas Chromatography and Mass Spectrometry Detector</i> o cromatografía de gases y detector de espectrometría de masas, es una técnica instrumental que comprende un cromatógrafo de gases (GC) acoplado a un espectrómetro de masas

(MS), mediante el cual se pueden separar, identificar y cuantificar mezclas complejas de productos químicos.

Glucólisis

Rendimiento neto de dos moléculas de ATP.

H₂S

Este gas, más pesado que el aire, es inflamable, incoloro, tóxico, odorífero: su olor es el de materia orgánica en descomposición, similar al olor de los huevos podridos (H₂S).

LCD

Es una pantalla delgada y plana formada por un número de píxeles en color o monocromos colocados delante de una fuente de luz o reflectora.

LDL

Lower Detection Limit o límite inferior de detección, se define habitualmente como la cantidad o concentración mínima de sustancia que puede ser detectada con fiabilidad por un método analítico determinado.

LED

Un diodo emisor de luz o led es una fuente de luz constituida por un material semiconductor dotado de dos terminales.

Licuefacción

Es el cambio de estado que ocurre cuando una sustancia pasa del estado gaseoso al líquido, por el aumento de presión (compresión isoterma) y la

disminución de la temperatura (expansión adiabática), llegando a una sobrepresión elevada.

MeOH

También conocido como alcohol de madera o alcohol metílico, es el alcohol más sencillo (CH_3OH). A temperatura ambiente se presenta como un líquido ligero, incoloro, inflamable y tóxico que se emplea como anticongelante, disolvente y combustible.

NOx

Es un término genérico que hace referencia a un grupo de gases muy reactivos [tales como el óxido nítrico (NO) y el dióxido de nitrógeno (NO_2)] que contienen nitrógeno y oxígeno en diversas proporciones.

Punto de rocío

Temperatura de rocío, es la más baja temperatura a la que empieza a condensarse el vapor de agua contenido en el aire, produciendo rocío, neblina, cualquier tipo de nube o, en caso de que la temperatura sea lo suficientemente baja, escarcha.

SOx

Los óxidos de azufre son un grupo de gases compuestos por trióxido de azufre (SO_3) y dióxido de azufre (SO_2).

THC

El THC se utiliza para describir la cantidad de las impurezas de hidrocarburos medidos presentes. Generalmente se expresa como equivalentes de metano.

UHP	<i>Ultra high purity</i> o ultra alta pureza.
USB	<i>Universal serial bus</i>
.	
UV	Ultra Violeta.
VAC	<i>Voltage Alternating Current</i> (voltaje de corriente alterna).
VDC	<i>Voltage Direct Current</i> (voltaje de corriente directa).
Yacimiento	Lugar en el que se encuentran de forma natural minerales, rocas o fósiles, especialmente cuando puede ser objeto de explotación.

RESUMEN

La empresa en estudio, determina las sustancias indeseables en el proceso de purificación de dióxido de carbono líquido como: metanol, metano, benceno, acetaldehído y sulfuro de hidrógeno por cromatografía gaseosa, por lote producido, el cual al completar en veinticuatro horas, se analiza. Sin embargo, un cliente de fuerte demanda, solicitó no analizar al completar el lote, sino adoptar un monitoreo en línea, por lo cual uno de sus requisitos para mantener e incrementar la demanda del producto era el uso de analizadores en línea.

El objetivo de la presente investigación es ser competitivo en el mercado, por ello se optó por implementar la metodología de analizadores en línea, que monitoreara dichas impurezas en el producto final.

El esquema de solución fue identificar sustancias indeseables, analizar gases para operación y calibración de analizadores, estandarizar procedimientos de calibración y operación, aplicar la metodología y evaluar beneficios de la implementación del monitoreo.

Se identificaron sustancias indeseables por medio del estudio con un enfoque mixto, análisis cualitativo, por tener revisión documental y análisis cuantitativo, mediante estadística descriptiva de la: calibración de los equipos y diseño de solución no experimental.

El estudio con alcance descriptivo, detalla la metodología usada y los procesos que hicieron que se ejecutara la implementación de los analizadores.

El principal resultado obtenido fue la propuesta del nuevo monitoreo con analizadores en línea, correctamente adoptado obteniéndose beneficios de la empresa como para los clientes, al tener resultados en tiempo real de la calidad e inocuidad del producto.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Planteamiento del problema

Falta de una metodología de monitoreo en línea que determine sustancias indeseables en el proceso de purificación de dióxido de carbono líquido.

La empresa en estudio hace la determinación de sustancias indeseables como: metanol, metano, benceno, acetaldehído y sulfuro de hidrógeno, por medio de cromatografía gaseosa y detección de ionización de llama por cada lote producido, el cual tarda en completarse veinticuatro horas, posteriormente se hace el análisis de lote respectivo.

Descripción del problema

La empresa donde se realizó el trabajo de investigación, se dedica a la purificación de dióxido de carbono, proveniente de la fermentación alcohólica destinado al uso en bebidas carbonatadas. Actualmente, uno de los clientes de fuerte demanda del producto, que ha solicitado dichos análisis no sean realizados al finalizar de completar el lote de producción, sino sean monitoreados en línea, por lo cual uno de sus requisitos para mantener e incrementar la demanda del producto es el uso de analizadores en línea.

Por ser una empresa certificada en ISO 9001:2008 y FSSC 22000 y estar altamente comprometida con sus clientes, lo cual lo describe su política de gestión "...estamos comprometidos a purificar y proporcionar gas carbónico

para satisfacer a nuestros clientes y partes interesadas,...” documento interno de la empresa. Ha decidido corresponder a dicha solicitud.

Dado lo anterior, se plantea la siguiente interrogante central:

- ¿Cómo se puede mejorar en el proceso de purificación de dióxido de carbono, la determinación de sustancias indeseables implementando un monitoreo, a través de analizadores en línea?

Por otra parte, se deducen las siguientes preguntas auxiliares:

- ¿Qué sustancias indeseables se encuentran presentes en el proceso de purificación de dióxido de carbono en cuanto a presencia y cantidad?
- ¿Qué tipo de gases patrón y de operación se requieren para calibración de analizadores en línea?
- ¿Qué metodología utilizar para estandarizar procedimientos de operación y calibración de analizadores en línea en el proceso de purificación de dióxido de carbono?
- ¿Cómo implementar una metodología de analizadores en línea inteligente que proporcione en el proceso de purificación de dióxido de carbono, desechando las sustancias indeseables?
- ¿Qué beneficios se obtienen al implementar la metodología de analizadores en línea en dióxido de carbono líquido?

OBJETIVOS

General:

Implementar la metodología de analizadores en línea, para la determinación de sustancias indeseables en proceso en una empresa de purificación de dióxido de carbono líquido.

Específicos:

1. Identificar las sustancias indeseables que se encuentran presentes en el proceso de purificación de dióxido de carbono.
2. Analizar los gases patrón y de operación que se necesitan para la calibración y funcionamiento de los analizadores en línea.
3. Estandarizar el procedimiento de calibración y operación del proceso de purificación de dióxido de carbono, mediante la metodología de analizadores en línea.
4. Aplicar la metodología de analizadores en línea en el proceso de purificación de dióxido de carbono.
5. Evaluar los beneficios de la implementación de monitoreo en línea en proceso de purificación de dióxido de carbono.

RESUMEN DEL MARCO METODOLÓGICO

El enfoque del trabajo de investigación se enmarcó en uno tipo mixto, debido a que el estudio correspondió a un análisis cualitativo por tener una revisión documental para realizar los antecedentes y marco teórico y al tipo análisis cuantitativo, mediante estadística descriptiva, porque se van medir variables como: calibración de los equipos.

El diseño de la solución es no experimental, debido que no se realizan experimentos para determinar el resultado de las variables dependientes.

El estudio tiene un alcance descriptivo, con ello se pretende describir la metodología a usar y los procesos que harán que se ejecute la implementación de los analizadores en línea.

Las fases de la investigación se desarrollaron primero: revisión documental; segundo: determinación de sustancias indeseables; tercero: determinación de concentraciones adecuadas de gases patrón y grado de calidad de gases de operación; cuarto: estandarización de los procedimientos de calibración y operación; quinto: implementación de la metodología y sexto: evaluación de los beneficios de la implementación de monitoreo en línea en proceso de purificación de dióxido de carbono.

La población y muestra se realizó en un record cronológico de dos meses por medio de socializar los procedimientos de la metodología, capacitar al personal responsable de forma teórico-práctico y luego de implementar la metodología se obtuvieron mediciones por el personal, también se verificó el

correcto procedimiento de manipulación, calibración y generación de registros del monitoreo en línea de los analizadores.

INTRODUCCIÓN

El presente estudio de investigación es una sistematización, porque se implementó la metodología de analizadores en línea, para la determinación de sustancias indeseables en proceso, en una empresa de purificación de dióxido de carbono líquido en el área de Retalhuleu, al no contar con una metodología de monitoreo en línea, la determinación de sustancias indeseables no era tan precisa para ciertas calidades en el mercado; debido a que uno de los clientes de fuerte demanda del producto solicitó el monitoreo en línea como uno de sus requisitos, para mantener e incrementar la demanda, la empresa certificada a nivel internacional con un sistema de gestión de calidad e inocuidad vigente desde el año 2003, por estar altamente comprometida con la satisfacción de sus clientes decidió desarrollar la implementación.

El informe de investigación consta de cuatro capítulos: en el primer capítulo, se describe la revisión documental en el marco teórico información sobre la empresa, el proceso, el producto, fuentes de obtención, impurezas más comunes, proceso de recuperación, usos del producto y tipos de medidores de impurezas existentes.

En el segundo capítulo, se describe el desarrollo de la investigación, en el que se detalla secuencialmente las etapas ejecutadas para cumplir con los objetivos y dar solución a la problemática planteada inicialmente.

En el tercer capítulo, se presentan resultados de la investigación: identificación de sustancias indeseables describiendo los principios de funcionamiento de analizadores en línea 4020, 4060 y 6200T, se analizó y

determinaron las concentraciones de los gases patrón y el grado de calidad de gases de operación utilizados; se estandarizó la metodología de calibración y operación generando un instructivo interno; se implementó la metodología de calibración y operación, mediante entrenamiento del personal, se evaluó la propuesta operando los analizadores en línea y midiendo el entrenamiento del personal por medio de una lista de cotejo en los meses de agosto a septiembre del 2016.

En el cuarto capítulo, se presenta la discusión de resultados, en el cual se identificaron sustancias indeseables describiendo que los analizadores 4020 y 4060, utilizan detector de ionización de llama que separa y cuantifica los analitos monitoreados, a diferencia del 6200T que por medio de fluorescencia ultravioleta y oxidación térmica de sulfuros mide el sulfuro de hidrógeno; se analizaron los gases patrón y de operación y se determinó las concentraciones con base a fuente proveniente del gas y directrices del dióxido de carbono grado bebida, de acuerdo a normas internacionales y la calidad de los gases de operación con base a especificaciones técnicas de gases ultra puros comercializados en la región; además se estandarizaron los procedimientos de operación y calibración describiendo los parámetros de operación, etapas de operación y calibración de los analizadores, generando un instructivo (Anexo 2); también se implementó la metodología entrenando teórico-práctico al personal socializando instructivo generado y se evaluó la implementación socializando el instrumento “Listado de verificación de condiciones de operación y calibración de analizadores”, el personal entrenado y responsable del equipo logró realizar y registrar en los meses de agosto a septiembre 2016, la operación y calibración de los equipos.

En conclusión, la presente investigación trae el beneficio para la empresa de contar con la metodología de monitoreo de analizadores en línea

implementada, permitió operar los equipos, contar con instructivos de procedimientos vigentes, personal entrenado *in situ* y formato de verificación de operación y calibración correcta de los equipos; los clientes se benefician al comprobar por medio de auditoría, que se les provee de dióxido de carbono líquido monitoreado en línea con metodología vigente y en correspondencia con sus requisitos de calidad e inocuidad solicitados.

1. MARCO TEÓRICO

En el presente marco conceptual, se describirá no solo la empresa en estudio sino también, qué es el producto final, usos y aplicaciones en la industria, así como la descripción de la metodología de monitoreo en línea y descripción de los diferentes analizadores utilizados para la determinación de las impurezas indeseables en el producto final.

1.1. Empresa de purificación de dióxido de carbono

Es la industria pionera en Guatemala en la purificación de dióxido de carbono, por medio de equipo automático, a partir de los gases de fermentación obtenidos, a través de la fermentación alcohólica de melaza y mieles en las destilerías. Actualmente cuenta con dos plantas en Guatemala, una ubicada cercana a dos ingenios azucareros en el área de Escuintla y Retalhuleu, de los cuales obtiene su materia prima; gases de fermentación.

En otros países de Centro América, también tiene presencia con dos plantas más, en Nicaragua y Costa Rica a diferencia de las otras tres plantas; en esta última obtiene su materia prima, a partir de yacimiento natural. Por tal razón, la empresa en estudio tiene más de 20 años de existir en el mercado con una capacidad de producción de 2 000 Kg/h proveyendo dióxido carbono purificado al 99.9 %. Siendo sus clientes los embotelladores de bebidas, industria de gases para extintores y uso médico, industria cementera, textil, etc. Sus clientes más fuertes de marcas de bebidas carbonatadas frecuentemente realizan auditorías e inspecciones en cuanto a calidad e inocuidad a sus plantas (Anónimo, 2016, p.1).

1.1.1. Información general de la empresa

La planta está dedicada a la producción de dióxido de carbono líquido proveniente del proceso de fermentación alcohólica. Cuenta con dos plantas ubicadas en la región sur y sur-occidental y la planta en la cual se desarrolló el presente estudio está ubicada en la región sur-occidental.

Cada planta tiene una capacidad de producción de 2 000 Kg/h de gas carbónico y su infraestructura está diseñada para que fácilmente pueda ampliar su producción al doble de su capacidad.

- Misión de la empresa

“Purificar dióxido de carbono cumpliendo con estándares internacionales y los establecidos por nuestros clientes y partes interesadas procurando el cuidado del medio ambiente y la calidad de vida de los colaboradores”.

- Visión de la empresa

“Ser la empresa líder en la purificación de dióxido de carbono en Centroamérica y el Caribe”.

1.1.2. La producción de dióxido de carbono y los requerimientos del cliente

Las plantas cuentan con un solo cliente directo de logística y distribución, a su vez, cuenta entre sus principales clientes a embotelladores de bebidas carbonatadas dentro de Guatemala y otros países de Centroamérica.

Debido a lo anterior, las plantas de purificación son sometidas a auditorías e inspecciones de inocuidad por parte de las principales marcas de bebidas carbonatadas.

Por lo que cumpliendo con el requerimiento de uno de los principales clientes de: Implementar la metodología de analizadores en línea, para la determinación de sustancias indeseables en el proceso de investigación, se desarrolló de la siguiente forma:

1.2. Dióxido de carbono

De acuerdo a la *International Society of Beverage Technologists* (ISBT,2010), por sus siglas en inglés define el dióxido de carbono como: “un gas incoloro, inodoro, no combustible, licuable a un líquido incoloro pesado y volátil”. (p.5)

Según Molina (2010):

...el dióxido de carbono como un compuesto de fórmula CO_2 constituido por carbono en un 27.3 %, y oxígeno en un 72.7 % con un peso molecular de 44.0098 g/mol. Se encuentra en estado gaseoso a la temperatura y presión atmosférica, siendo incoloro, inodoro y aproximadamente 1.5 veces más denso que el aire. Es ligeramente ácido por contacto con la humedad o el agua. (p.1)

De acuerdo a la *International Society of Beverage Technologists* (2010):

...un litro de CO_2 gas (44.01 de peso molecular) pesa aproximadamente 1.98 gramos a 0°C y una presión de 760 mm de mercurio. La función del CO_2 en una bebida carbonatada es proporcionar efervescencia y algo de acidez sin introducir ningún efecto sensorial indeseable. (p.5)

Compressed gas Association (CGA, 2011), menciona que “el dióxido de carbono por encima de la temperatura del punto triple de -69.9°F (-56.6°C) y por debajo de la temperatura del punto crítico de 87.9°F (31.1°C) puede existir tanto en estado gaseoso como líquido”. (p.1)

Molina (2010), indica que: “el dióxido de carbono puede existir simultáneamente en sus tres estados físicos, sólido, líquido y gaseoso, cuando se le mantiene a -69.9°F (-56.6°C) de temperatura y a 60.4 psig (416 kPa) de presión, condiciones conocidas como punto triple” (p.5). Figura 1.

De acuerdo a *Compressed gas Association* (CGA, 2011), “El dióxido de carbono a granel se mantiene comúnmente como un líquido refrigerado a baja temperatura y vapor de 200 psig a 350 psig”. (p.1)

El dióxido de carbono a presión atmosférica y temperatura de 109.3°F (-78.5°C) “existe como un sólido opaco” (*Compressed gas Association*, 2011 p.1).

Se utiliza industrialmente para la producción de carbonato de sodio, bicarbonato de sodio y aspirina (por reacción directa con el fenol para producir ácido salicílico). Debido a que es un gas más denso que el aire y a que no alimenta la combustión (por ser un producto de ella), se le utiliza también en los equipos y sistemas extintores de incendio menciona (Molina, 2010 p.5).

1.2.1. Fuentes de obtención de dióxido de carbono

De acuerdo a Molina (2010):

...El dióxido de carbono gaseoso se puede obtener de las siguientes fuentes:

- a. Combustión de carbón vegetal, carbón mineral, gas natural, petróleo y otros carbono combustibles, que genera adicionalmente agua y anhídridos no metálicos.
- b. Combustión asistida con oxígeno en los incineradores de basura orgánica.
- c. Procesamiento de calizas para producción de cal como subproducto.
- d. Acidificación de materiales calizos como producto específico.
- e. Fermentación anaeróbica como subproducto.
- f. Fuentes naturales en pozos geotérmicos como materia prima. (p.1)

De acuerdo a *International Society of Beverage Technologists* (ISBT, 2010) en la tabla I, “se observa también las fuentes comunes de donde se obtiene el dióxido de carbono”. (p.4)

Molina (2010), comenta que: “los procesos de producción más importantes para la obtención de dióxido de carbono de grado industrial y superiores son:

- Combustión de carbón, gas natural o hidrocarburos
- Calcinación de calizas
- Fermentación anaeróbica
- Combustión controlada de desechos orgánicos”. (p.3)

De acuerdo a Molina (2010):

...La combustión de carbón, gas natural o hidrocarburos de acuerdo a es el proceso por el cual un compuesto se combina con oxígeno gaseoso para producir las formas oxidadas de los elementos que la componen, y la emisión de energía calorífica. Los combustibles más utilizados están conformados por el carbón mineral, el metano del gas natural y los derivados saturados del petróleo (que presentan combustiones más homogéneas y completas que sus análogos insaturados) del tipo propano, butano y octano.

La reacción genérica de combustión de los alcanos se presenta en la siguiente ecuación química:



Cuando el único producto carbonado obtenido es el dióxido de carbono, la combustión es completa. La aparición de monóxido de carbono o carbón (humos negros) refleja una combustión incompleta y está asociada a la generación de compuestos aromáticos polinucleares.

De acuerdo a Molina (2010):

...El proceso de calcinación de calizas (Figura 2) implica el suministro de suficiente calor para mantener 800 °C de temperatura que provocan la descarbonatación y posteriormente mantener un nivel de entre 1200 y 1300 °C de temperatura el tiempo suficiente para ajustar la reactividad del producto. La termodinámica del avance de la reacción de calcinación es inversa a la de combustión, pues en este caso, se dispone de materias primas con enlaces químicos sumamente estables que tienen que convertirse en moléculas de menor estabilidad (y por lo tanto mayor reactividad) como lo es el óxido de calcio. Probablemente la componente termodinámica que facilita la reacción es el aumento de entropía que se produce al generarse un gas en el proceso, como lo es el CO₂, pero que incluso es más reactivo que el carbonato de calcio original.

Si los procesos de combustión y calcinación se producen en el mismo lugar del horno, el CO₂ generado por la caliza se une al CO₂ generado por la combustión y se contamina con los gases de emisión del combustible. Luego de ser termalizados, los gases de combustión pueden reunirse en un solo punto en el cual pueden empezar a ser tratados por cualquiera de las tecnologías de secuestro de CO₂ a partir de los gases de emisión: extracción del carbono post-combustión, extracción del carbono pre-combustión y remoción de nitrógeno pre-

combustión. Si los procesos de combustión y calcinación se producen en diferente lugar del horno y no tienen contacto entre sí, también deben tratarse con las mismas tecnologías citadas y la emisión de CO₂ de la descomposición de la caliza, que generalmente tiene menos contaminantes gaseosos, por un proceso de condensación criogénica para posterior purificación. (p. 15-16).

Molina (2010) menciona que:

...La fermentación anaeróbica es un proceso bioquímico por el cual se producen reacciones de óxido-reducción en ausencia de oxígeno o en presencia de muy bajos niveles de este elemento gaseoso, para obtener la transferencia de electrones desde el oxígeno combinado presente en el sustrato, o desde otros elementos capaces de cederlos, para producir formas químicas de menor estado de oxidación como productos. Este tipo de fermentación conocido como glucólisis, se realiza eficientemente en los mohos y levaduras para obtener energía con el metabolismo de los carbohidratos.

Uno de estos procesos es la fermentación alcohólica (Figura 3) que se define como la conversión de azúcares en etanol, la cual se resume en la siguiente ecuación química (para una hexosa):



El proceso no es tan simple como la reacción lo indica, y la función fisiológica en los seres vivos es la obtención de energía en forma de ATP, a partir de ADP y fosfato, por intermediación de NAD⁺ que actúa como receptor de iones hidrógeno en las reacciones catalizadas por enzimas específicas. (p.16)

Según Molina (2010), las bacterias en ausencia de oxígeno y células de organismos superiores en ausencia de oxígeno producen la fermentación láctica en la que en lugar de etanol producen lactato directamente de piruvato.

Tanto la fermentación alcohólica como la láctica producen energía bioquímica en forma de ATP de bajo rendimiento, dos moléculas por molécula de glucosa. En condiciones aeróbicas el proceso es llamado respiración y biológicamente produce un máximo de 36 moléculas de ATP por molécula de glucosa lo cual genera dióxido de carbono y agua (a su vez) permite el almacenamiento de la energía producto de la combustión de la glucosa en forma de energía química.

En procesos de respiración, tanto aeróbico como anaeróbico se obtienen productos específicos y CO_2 , así como otros compuestos químicos variados y su presencia depende de la naturaleza y pureza del azúcar base y contenido de oxígeno en el sistema.

También Molina (2010), indica que:

...La industria de alcoholes y rones generalmente recurre al uso de mezclas de azúcares que representan muchas veces el subproducto de la refinación de la industria azucarera o uno de sus productos primarios sin refinamiento, tal como la melaza. Siendo un material de composición muy variada, la melaza puede contener, además de glucosa, toda una gama de compuestos nitrogenados, sulfurados, fosforados e insaturados, que pueden dar origen a gases acompañantes del CO_2 en su biogénesis. Las fermentaciones anaeróbicas en sustratos diferentes a los azúcares, rinden algunos subproductos característicos, como se indica de acuerdo al contenido de los elementos presentes en la tabla II.

Por esta razón es que el dióxido de carbono proveniente de los procesos de fermentación, y destinado a productos de ingestión directa o indirecta (industria de alimentos y de bebidas), está sujeto a mayores controles de pureza y calidad (Figura 4), ya que los metabolitos de su producción tienen efectos tóxicos sobre el ser humano. (p.18)

De acuerdo a Molina (2010):

...las melazas se clasifican como un desecho o subproducto de la industria azucarera y este a su vez, se aprovecha principalmente para dos propósitos: como aditivo nutricional en concentrados para animales (20 %), en la producción de alcohol como sustrato de la fermentación (80 %) y naturalmente como fuente de carbono para la producción secundaria de CO₂. Esta materia prima es un jarabe que contiene una mezcla de azúcares no cristalizables, sólidos no sacáridos provenientes de las estructuras celulósicas de la caña o la remolacha, agua y los restos de productos químicos utilizados en el procesamiento del azúcar.

Los mismos factores que afectan la producción de alcohol están directamente relacionados con la producción de CO₂ como gas industrial proveniente de la fermentación alcohólica, y por eso, el proceso de producción de CO₂ está íntimamente relacionado con los factores de producción de la industria azucarera. La composición de la melaza no es un aspecto que pueda decidirse en el ingenio, ya que depende de los factores de cultivo de la caña de azúcar o de la remolacha, y solamente el contenido de azúcares y componentes no sacáridos depende del origen de la melaza. (p.17)

Cabe resaltar los 5 factores genéricos que según (Molina, 2010):

...afectarán no solamente la composición de la materia prima, sino la eficiencia en la producción de alcohol y dióxido de carbono son:

- a. Composición del suelo de cultivo.
- b. Prácticas de cultivo
- c. Proceso de producción del azúcar
- d. Tratamiento de las melazas post-producción
- e. Condiciones de almacenamiento de las melazas (p.17)

1.2.2. Impurezas más comunes en el CO₂

La *International Society of Beverage Technologists* (2010, p.7) define impurezas como “todos los componentes indeseables que pueden ser encontrados en el CO₂ viniendo inicialmente de la fuente de gas crudo o del proceso de manufactura”.

La materia prima o gas crudo necesario para la purificación de dióxido de carbono es: “la fuente gaseosa no purificada de CO₂ que se utiliza para la planta de producción comercial de producto final de CO₂ líquido, luego de someterse a varias etapas de purificación” (ISBT, 2010 p.6). Cualquier fuente adecuada de gas crudo tiene indistintamente un rango normal esperado de contenido de impurezas, las cuales pueden ser identificadas y controladas.

Sin embargo, se debe tener en cuenta según la *International Society of Beverage Technologists* (2010), que: “no todas las fuentes potenciales de gases de alimentación pueden o deben ser utilizados para la producción de CO₂ grado bebidas, debido a la presencia de impurezas indeseables, difícil de eliminar o fluctuaciones significativas en el perfil de impurezas” (p.13), estas fluctuaciones pueden darse a través del tiempo, en el presente estudio interesa acotar las impurezas relacionadas con gas de alimentación, a partir de la fermentación alcohólica como fuente lo cual se pueden observar en la tabla I.

Por lo cual la *International Society of Beverage Technologists* (2010, p.4) “determina los parámetros que en general el CO₂ líquido debe tener para ser comercializado sobre todo en la industria de las bebidas carbonatadas”, lo cual se aprecia en el tabla III.

1.2.3. Proceso de recuperación de dióxido de carbono de la fermentación y purificación

El proceso de recuperación de dióxido de carbono, a partir de la fermentación alcohólica con lleva ciertas etapas sin embargo, se debe tomar en consideración lo siguiente:

Molina (2012), indica que en casi todas las etapas de purificación de dióxido de carbono están presentes materiales adsorbentes que retienen y remueven sustancias que acompañan el gas cuando se produce, estos contaminantes gaseosos referidos tienen orígenes diferentes, mineral a partir de calcinación de cenizas, energético, a partir de combustión industrial y orgánico, a partir de fermentación aeróbica como es el caso del proceso de purificación de dióxido de carbono de la empresa en estudio.

Molina (2012) menciona que:

...Todos los posibles contaminantes del gas crudo están perfectamente identificados, y corresponden a los productos gaseosos secundarios que se obtienen junto con el etanol y el CO₂, y que corresponden a otras rutas metabólicas de fermentación o a reacciones secundarias a la formación de etanol. La purificación del Dióxido de Carbono consiste entonces en reducir los niveles de estos contaminantes naturales del gas crudo obtenido de la fermentación de melazas, hasta niveles que sean inocuos para los usos que el gas carbónico tiene en la industria, especialmente la de alimentos y bebidas, que ha establecido especificaciones y tolerancias para su incorporación como producto ingerible para el ser humano. (p. 1)

Según Molina (2012), los contaminantes se eliminan eficientemente por medio de medios fisicoquímicos, a través de sustancias solidas adsorbentes

secas permitiendo fijar el contaminante a su superficie activa sin que reaccione o retenga dióxido de carbono que fluye, a través de dicha superficie llamadas fases estacionarias. La limitante de estas fases estacionarias, según Molina (2012) es el agotamiento de la adsorción si no se planifica tiempo de uso, por lo que disminuye su eficiencia debido a que los puntos de la superficie adsorbente son ocupados por los contaminantes, por lo tanto cuando esto sucede, algunas moléculas más de los contaminantes pasan a través del adsorbente y esto provoca que el dióxido de carbono manifieste incremento en la concentración de una u otra impureza.

Los componentes de las fases estacionarias o material adsorbente utilizados para la purificación del dióxido de carbono, según Molina (2012), regularmente son óxidos de aluminio (Al_2O_3), titanio (TiO_2), silicio (SiO_2), férrico (Fe_2O_3), alcalinos-térreos (CaO , MgO) de cinc (ZnO) u otros metálicos, todos estos materiales son inertes por lo que no reaccionan con la materia prima o dióxido de carbono crudo, como con los contaminantes que lo acompañan o generen otros contaminantes gaseosos, además de los que ya tiene.

De acuerdo al sistema de gestión de empresa purificadora de dióxido de carbono (2016), la purificación de dióxido de carbono se compone de los siguientes sub-procesos (Figura 5):

a. Fermentación:

El dióxido de carbono es recuperado en los fermentadores. El dióxido de carbono que ingresa a la planta para purificación tiene una pureza de no menos de 99.0 %.

b. Trampa de espuma:

Se encarga de eliminar la espuma en el dióxido de carbono proveniente de fermentación, esta trampa previene al sistema de un posible acarreo de ésta hacia los equipos. Se realiza a través de un rociado con agua.

c. Sopladores de CO₂:

Estos se encargan de enviar el dióxido de carbono que sale de la trampa de espuma hacia la torre de lavado.

d. Columna de lavado de baja presión (*LP Scrubber*):

La columna de lavado de baja presión remueve impurezas como alcoholes, aldehídos y ésteres contenidos en el dióxido de carbono propios del proceso de fermentación alcohólica; estas impurezas se eliminan por medio de un lavado en contracorriente con agua.

e. Pre enfriamiento del dióxido de carbono en baja presión (*LP Precooler*):

El dióxido de carbono que sale del *LP Scrubber* debe ser enfriado con el propósito de extraer el exceso de agua y el calor, mediante un proceso de enfriamiento basado en gas refrigerante. El calor pasa al sistema de enfriamiento y el agua extraída se queda en una trampa de agua instalada en la salida del *LP Precooler*.

f. Compresión de dióxido de carbono:

El dióxido de carbono se comprime en un compresor de tornillo, el cual eleva la presión de descarga hasta 285 psig.

g. Hidrolización de sulfuro de carbonilo (COS):

El sulfuro de carbonilo presente como impureza en el flujo de dióxido de carbono se hidroliza para convertirlo en sulfuro de hidrógeno (H₂S), el cual es eliminado posteriormente.

h. Post enfriamiento del dióxido de carbono:

El dióxido de carbono que sale del compresor de CO₂ se enfría a temperatura de punto de rocío, con el objetivo de reducir la temperatura a niveles de operación.

i. Columna de lavado del dióxido de carbono en alta presión:

La columna de lavado de alta presión remueve impurezas solubles en el Dióxido de carbono que han sido arrastradas hasta este punto por medio de un lavado a contracorriente con agua. Las bombas impulsan el agua en sentido contrario al flujo de vapor a la presión del sistema.

j. Pre enfriamiento del dióxido de carbono a alta presión:

El dióxido de carbono que sale de la columna de lavado en alta presión se enfría con un refrigerante para remover agua y calor del gas.

k. Deodorización del dióxido de carbono:

Remueve el vapor del dióxido de carbono y las impurezas causantes del mal olor. Consta de dos cilindros llenos de carbón activado de los cuales uno está en operación y el otro en regeneración durante un ciclo de ocho horas.

l. Remoción del H₂S (sulfuro de hidrógeno): El dióxido de carbono que sale del deodorizador circula a través del relleno eliminando el sulfuro de hidrógeno.

m. Secadora:

Se verifica que las válvulas de entrada y salida del dióxido de carbono estén abiertas y que las trampas de agua trabajen apropiadamente. Los vasos trabajan ocho horas cada uno. Mientras uno está en línea con dióxido de carbono; el otro se regenera con gases no condensables, los cambios se hacen automáticos. En la regeneración se utilizan los gases no condensables de la purga de la columna de purificación que se calientan por medio de las resistencias eléctricas de cada vaso.

El dióxido de carbono gaseoso es enviado a un intercambiador de calor en donde por el otro lado, pasa por dióxido de carbono líquido.

n. Compresor de refrigerante:

Se encarga de comprimir el refrigerante que es usado como enfriador y para condensación del gas carbónico.

o. Condensación del dióxido de carbono:

El dióxido de carbono proveniente de la secadora entra el condensador que lleva a cabo la licuefacción del dióxido de carbono, lo convierte del estado gaseoso al estado líquido por el intercambio de calor del gas y del refrigerante.

p. Columna de purificación:

El dióxido de carbono líquido proveniente del condensador cae por gravedad al depósito del separador donde por acción de termosifón fluye hacia el evaporador, el cual utiliza vapor de refrigerante caliente proveniente del compresor de refrigeración para generar dióxido de carbono gaseoso.

El dióxido de carbono líquido que cae del condensador se mezcla en contracorriente con el dióxido de carbono gaseoso que sube a la cabeza del separador para liberar nitrógeno y oxígeno del dióxido de carbono líquido, así obtener una elevada pureza en el producto.

Estos gases son liberados hacia la parte más alta de la torre acompañado de una parte del dióxido de carbono gaseoso hacia un condensador de reflujo que se encuentra sobre el separador. Los gases no condensables que salen del condensador de reflujo se ventean a la atmósfera.

El condensador de reflujo utiliza refrigerante líquido para condensar el dióxido de carbono gaseoso de la columna de purificación. La medición de la producción se realiza a través de medidor de flujo en Kg/hora.

q. Torres de adsorción de óxidos de nitrógeno (NOx):

El equipo de adsorción de NOx consiste en dos torres en serie que contienen un relleno en el cual se queda el NOx, que contiene el dióxido de carbono líquido. Un juego de filtros de NOx a la salida de las torres previene el acarreo del relleno hacia los tanques de almacenamiento.

Si se detecta que el NOx se pasa en el dióxido de carbono líquido a la salida de las torres se debe cambiar el relleno.

El filtro tiene un medidor de presión diferencial que indica la concentración de adsorbente en el filtro, si esta presión se eleva significa que la concentración aumentó, es necesario entonces cambiar de filtro y limpiar el que estaba sucio.

r. Tanques de almacenamiento:

Los tanques de almacenamiento sirven para el almacenaje del producto y es el proceso de control de calidad realiza los análisis requeridos para liberación de lote. (p. 1-5)

1.2.4. Producción de CO₂ por destilación a baja temperatura

Según Molina (2010) menciona que:

...la destilación a baja temperatura o separación criogénica es un proceso comercial comúnmente utilizado para licuar y purificar CO₂ de fuentes de relativa alta pureza (mayor del 90 %) (Figura 4). Implica el enfriamiento de los gases a una temperatura tan baja, que el CO₂ puede licuarse y separarse del resto de gases, o bien licuar y separar el resto de gases en forma condensada, del CO₂ gaseoso. La destilación generalmente presenta buenas economías de escala, y el proceso es realmente valioso considerando que existe una alta concentración de CO₂ en los gases a tratar. La ventaja es la producción de un líquido criogénico transportable por tubería, pero su mayor desventaja se encuentra en la cantidad

de energía requerida para proveer la refrigeración, así como la necesidad de remover las impurezas de los componentes que se congelan a temperaturas por encima de la temperatura de operación del líquido para evitar congelamientos y obturaciones en el equipo del proceso. En el caso de los gases post-combustión, el flujo residual contiene agua y otros subproductos traza de la combustión, tales como óxidos de nitrógeno (NOx) y óxidos de azufre (SOx), los cuales tiene que ser removidos antes de introducir el flujo de gas crudo a la sección de baja temperatura. Por lo tanto, la separación criogénica se aplica más como un método de refinación y gradación del CO₂ a una pureza mayor de la que se ha purificado previamente. (p.13)

1.2.5. Usos del dióxido de carbono

De acuerdo a Molina (2010), dependiendo el estado físico en que se encuentre el dióxido de carbono en el mercado y la tecnología que permita mantenerlo en dicho estado, así es el uso que se le da en la industria. Comercialmente puede estar en los tres estados gaseoso, líquido o sólido.

En estado gaseoso acota Molina (2010), puede estar en cilindros de alta presión en equilibrio con una fracción condensada a temperatura ambiente, que al estar en contacto con la presión atmosférica se gasifica para entregar su contenido de forma neumática. Importante es notar que la máxima presión que puede alcanzar el dióxido de carbono en estas condiciones es de 830 psig.

El estado líquido indica Molina (2010), solo se le encuentra en cilindros de fase gaseosa a temperatura ambiente y en cilindros especiales con líquido sobreenfriado a baja presión y térmicamente aislado. Al hacer contacto la fase líquida con la temperatura y presión ambiental, genera inmediatamente 1 parte de nieve carbónica y 3 partes de gas carbónico.

La fase sólida, nieve carbónica o hielo seco de acuerdo a Molina (2010), se obtiene de la exposición del dióxido de carbono líquido (sobreenfriado o temperizado) con el ambiente y se caracteriza por ser un material sólido que no funde sino que sublima, a una temperatura de -78.5°C .

Las aplicaciones y usos más frecuentes del dióxido de carbono en la industria de acuerdo a Molina (2010) son:

...Como dióxido de carbono gaseoso:

- Neutralización de aguas residuales alcalinas: Se aprovecha la capacidad del dióxido de carbono de reaccionar con la sustancias alcalinas para generar bicarbonatos que hacen descender el pH de las soluciones hasta un punto amortiguado entre 5.5 y 6.0, permitiendo la neutralización de residuos líquidos industriales por encima de valores de pH de 9.0, que son característicos en la industria textil.
- Conservante de bebidas y refrescos: Aprovechando la capacidad del gas carbónico de desplazar el aire y el oxígeno de los ambientes en los que se difunde, y con ello generar atmósferas anaeróbicas, inhibiendo completamente el desarrollo de microorganismos aeróbicos que pueden generar la fermentación, dando lugar al desarrollo de una de las industrias más grandes a nivel mundial como lo es la de las bebidas carbonatadas.
- Agente extintor del fuego: Aunque comercialmente existen diferentes modificaciones operativas y de composición, los extintores de fuego a base de dióxido de carbono aprovechan la capacidad de este gas para sofocar y ahogar la llama producida en un proceso de combustión.

- Aumento del rendimiento vegetal en cultivos de invernadero: El dióxido de carbono es junto con el agua, la luz solar y la clorofila, el conjunto de elementos indispensables para la fotosíntesis y la producción vegetal.
- Conservación de alimentos por empaque en atmósfera modificada: Como consecuencia de los procesos de maduración de los frutos y envejecimiento de los vegetales después del corte, los productos agrícolas frescos producen dióxido de carbono que es un autorregulador de dichos procesos, es decir, que la presencia de altos niveles de este gas inhibe o retarda la maduración o el envejecimiento.
- Terapéutica en la lesión o daño cerebral: Desde hace más de una década, se ha estado desarrollando la terapia neumática para ayudar en la recuperación de los infantes con daño o lesión cerebral, administrando por vía respiratoria mezclas de hasta un 20 % CO₂ con balance oxígeno. (p. 19-21)

Esta aplicación se basa en la respuesta de los tejidos pulmonares al estímulo de gases independientes.

...Como dióxido de carbono líquido:

Producción de hielo seco y nieve carbónica: El dióxido de carbono líquido no existe en forma espontánea sobre la superficie terrestre. Se logra obtener únicamente por presurización de su contenedor o por una combinación de presurización y refrigeración. Cuando se realiza una despresurización controlada y lenta, se logra la deposición cuidadosa del sólido formado alrededor de unos cuantos núcleos de cristalización, obteniéndose bloques de hielo seco que adquieren la forma del contenedor donde se solidifica.

- Extracción con CO₂ supercrítico: Dentro de los líquidos supercríticos investigados para fines extractivos, se encuentran en orden de polaridad, el metano, el butano, el hexafluoruro de azufre, el óxido nitroso, el dióxido de carbono y el amoníaco, siendo el CO₂ el más ampliamente utilizado por sus características polares, sus propiedades de ácido y base de Lewis y su relativa inerticidad.

... Como dióxido de carbono sólido:

- Congelación a baja temperatura: La capacidad del dióxido de carbono líquido (presurizado) de formar hielo seco o nieve carbónica, un sólido que no funde sino que sublima a $-78.5\text{ }^{\circ}\text{C}$, permite realizar aplicaciones de congelamiento por contacto y no por convección. La principal aplicación del sólido en congelamiento, es el mantenimiento de temperaturas inferiores a los $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, las cuales superan considerablemente las alcanzadas por los sistemas óptimos de congelación mecánica, en sistemas cerrados o suficientemente aislados térmicamente.
- Reducción y ajuste de piezas metálicas: La rápida reducción de la temperatura de los metales, por contacto con hielo seco, provoca también su contracción en menor tiempo. De esta forma, la reducción del radio de una pieza circular no vaciada, es idéntica en todas direcciones, permitiendo así el reducir sus dimensiones para poder ser instalada en un agujero que sea de las dimensiones exactas a su tamaño a temperatura ambiente y permanecer ajustada en él en forma permanente. Este proceso conocido como *Criofitting*, se ha realizado en la industria metal-mecánica utilizando dióxido de carbono sólido o nitrógeno líquido.
- Limpieza de superficies metálicas y lavado textil en seco: Uno de los procedimientos industriales para la limpieza de superficies metálicas, sobre todo en la industria de plásticos y neumáticos donde se utilizan moldes

formadores, es el *sandblasting* o chorro de arena (limpieza por impacto), que fundamenta su acción en la colisión de partículas de menor dureza que el metal para desprender contaminantes superficiales también de dureza menor que el metal, y de esa forma eliminar residuos que disminuyen la calidad de los productos moldeados.

- Generación de nieblas artificiales en espectáculos: La combinación de vapor de agua termalizado, con hielo seco, da origen a una dispersión líquido-gas equivalente a la que espontáneamente se produce en la naturaleza como niebla. Los generadores de niebla hacen pasar aire húmedo caliente por el reservorio de hielo seco, con el fin de obtener una corriente de niebla de alta densidad. (p.19-23)

Molina (2010), describe que:

...el dióxido de carbono sólido se usa extensivamente en la refrigeración de productos lácteos, cárnicos, alimentos congelados y otros alimentos perecederos durante su transporte. También se le usa como agente enfriante en diversos procesos industriales tales como la molienda de materiales termosensibles, la disgregación de hule, el encogimiento y ajuste de partes metálicas, y en las trampas frías de vacío. En estado gaseoso se utiliza para fabricar bebidas carbonatadas, para el control del pH en el tratamiento de aguas residuales alcalinas, en la producción de carbonato y bicarbonato de sodio, así como de ácido acetilsalicílico, como preservante de alimentos, como inertizante de tanques de almacenamiento de combustibles y alcohol, en soldadura, como estimulante del crecimiento vegetal y en operaciones neumáticas, entre otras aplicaciones.

El dióxido de carbono líquido se utiliza como un refrigerante consumible para el congelamiento de productos alimenticios. Se almacena como líquido en contenedores de sistemas contra incendios, de manera que pueda ser convertido en agente extintor en forma de nieve carbónica. El dióxido de carbono, conocido

como gas carbónico o anhídrido carbónico, se utiliza directamente como un aditivo alimenticio en las bebidas, y tiene la función de proveer efervescencia, generar acidez y evitar la multiplicación de microorganismos dentro de las bebidas carbonatadas, sin contribuir negativamente en la apariencia, olor y sabor. (p.1)

1.2.6. Tipo de medidores de impurezas en el CO₂

Dentro de las formas de medir impurezas en el dióxido de carbono, se encuentran las siguientes metodologías:

Biokim (2012, p.2), define GC/MS (por sus siglas en inglés) cromatografía de gas y espectrometría de masas, como “técnica analítica fundamental que combina el poder de la separación de la cromatografía de gaseosa con la Identificación cualitativa de un espectrómetro de masas para producir ambos datos cualitativos y cuantitativos”.

- En general, este equipo recoge datos para un gran número de compuestos no especificados, mediante la recopilación de datos a través de una amplia gama de tiempos de retención.
- Puede identificar en picos cromatográficas sin resolver.
- Puede proporcionar información cuantitativa en matrices complejas.
- Modo de ionización química CI (por sus siglas en inglés) puede proporcionar información de peso molecular.
- Cuando una muestra contiene varios componentes, ellos pueden ser separados (en tiempo) usando técnicas cromatográficas, ejemplo un sistema GC.
- El espectro individual puede ser usado para identificar los componentes.

1.3. Analizadores en línea:

Estos conforman el sistema de análisis de pureza de dióxido de carbono que en línea monitorean la calidad e inocuidad del producto final y registran valores fuera de rango establecido como límite máximo.

Comprendiéndose como calidad: “el grado en el que un conjunto de características inherentes de un objeto cumple con los requisitos” (ISO 9000 2015, p.22). e inocuidad de un alimento “alimento que no causará daño al consumidor cuando se prepara y/o consume de acuerdo a su uso previsto” (NTC-ISO 22000, 2005 p.2).

Ambos términos generados de las normas internacionales ISO 9000 (2015) y NTC-ISO 22000 (2005), que promueven la adopción de un enfoque dirigido a los procesos al desarrollar, implementar y mejorar la eficacia de los sistemas de gestión de la calidad e inocuidad, con el fin de aumentar la satisfacción del cliente mediante el cumplimiento de los requisitos del cliente.

Estos analizadores funcionan mediante el uso de detectores del tipo:

- Detector de conductividad térmica (TCD):

De acuerdo a *Technologies*, (2000, p.3) este detector funciona “separando la corriente del gas portador y pasándola por un par de filamentos emparejados. La muestra que pasa por un filamento diluye el gas portador, y el filamento se calienta, cambiando su resistencia en comparación con el filamento de referencia”. Así también la respuesta a todos los compuestos es con una conductividad térmica diferente de la del gas portador (Figura 6).

- **Detector de ionización de llama (FID):**

Entre los detectores este es el más popular debido a que: “La combustión de la muestra en una llama de hidrógeno/aire produce iones que se recogen y se convierten en una corriente. Responde a la mayoría de los compuestos orgánicos” (*Technologies*, 2000, p.3). El autor también sostiene que: “La mayoría de los compuestos inorgánicos y algunos orgánicos con heteroátomos dan una respuesta mala o ninguna en absoluto. El FID es más sensible que el TCD” (*Technologies*, 2000, p.3), figura 6.

1.3.1. Los tipos de medidores en línea son:

1.3.1.1. Modelo 4020: analizador de total de hidrocarburos

TAI (2015) menciona que el principio de operación consiste en:

...La muestra de gas es mezclada con un combustible (normalmente una composición de hidrógeno y nitrógeno) y una atmósfera de aire ardiendo. Los iones formados en el proceso de combustión causan una conducción eléctrica entre dos electrodos en la cámara de combustión (o detector de célula) que es amplificada por un circuito electrométrico amplificador altamente sensible. La salida eléctrica del amplificador electrométrico es directamente proporcional a la cantidad presente de llama ionizable de hidrocarburos y es lineal en todo el rango de 0 – 60,000 ppm metano, véase figura 7. (p.2)

Aplicaciones:

- Monitoreo de pureza de oxígeno, argón, nitrógeno y otros gases en la manufactura de semiconductores y equipo relacionado.

- Monitoreo de contaminación de hidrocarburos en licuefacción de aire y otros procesos de producción de gas.
- Certificación de pureza de gas, etc.

Según *Teledyne* (2015a), el modelo 4020: “Analizador de total de hidrocarburos usa un detector de ionización de llama y está configurado para medir el total de hidrocarburos contenidos desde cuatro diferentes flujos de muestra manualmente cambiadas al analizador a través del bloque de válvulas” (p. 5).

El modelo 4020 tiene configurados tres rangos de análisis, de 0-10/0-100/0-1000 ppm Total de hidrocarburos en una atmosfera de dióxido de carbono. Usa 100 % de hidrógeno como un combustible para la combustión. Un aire libre de hidrocarburos es requerido para la combustión y debe ser conectado a 40 psig. Esta fuente es compartida con el Modelo 4060.

Usa 100 % dióxido de carbono como gas cero y 80 ppm metano (CH₄) en dióxido de carbono como gas de ajuste en la calibración del analizador. Estos gases deben estar disponibles en el sistema a 15 psig.

1.3.1.2. Modelo 4060: Analizador de acetaldehído, benceno, y metanol

TAI (2015) menciona que el principio de operación consiste en:

...El analizador usa una columna de separación de gas de interés, por ejemplo, benceno, desde los otros hidrocarburos en la muestra de gas. Usando un gas acarreador y una válvula de conmutación del microprocesador accionado, el gas eludido es analizado en el detector de ionización de llama y la columna se lava de nuevo para aceptar la muestra fresca para el próximo ciclo.

La salida eléctrica del amplificador electrométrico es directamente proporcional a la cantidad presente de llama ionizable de hidrocarburos presente sobre los rangos de interés, véase figura 8. (p.3)

Aplicaciones:

- Monitoreo de concentración de benceno de gas de dióxido de carbono para uso en la industria de bebidas.
- Monitoreo de contaminación aromática en licuefacción de aire y otros procesos de producción de gas.
- Certificación de pureza de gas.

El analizador modelo 4060 es configurado con un sensor detector de ionización de llama (por sus siglas en inglés FID) y columnas empaquetadas cromatografía de gas que separa los hidrocarburos para análisis individual de benceno, acetaldehído y metanol en rango de 0 – 100 ppb (partes por billón) para benceno, 0-1 ppm (partes por millón) acetaldehído, y 0-10 ppm (partes por millón) metanol en dióxido de carbono. El límite detectable más bajo (por sus siglas en inglés LDL) para benceno es 2 ppb y LDL para acetaldehído es 10 ppb. Las concentraciones son analizadas separadamente y desplegadas en una manera secuencial.

El detector de ionización de llama en esta unidad usa hidrógeno puro al 100 % como un combustible para la combustión. Aire libre de hidrocarburos es requerido para combustión y debe ser conectado a 40 psig.

El analizador es equipado con función de calibración automática para controlar la calibración de gas (ajuste de gas) entregado al analizador. La calibración de gas es presentada para el analizador a través de válvula solenoide la cual es parte del bloque de auto calibración.

Para la calibración de ajuste, use una mezcla preparada de 0.9 ppm acetaldehído + 90 ppb benceno + 9 ppm metanol en dióxido de carbono. Este debe estar disponible en el sistema a 15 psig.

El analizador modelo 4060 es configurado con un sensor detector de ionización de llama (por sus siglas en inglés FID) y columnas empaquetadas cromatografía de gas que separa los hidrocarburos para análisis individual de benceno, acetaldehído y metanol en rango de 0 – 100 ppb (partes por billón) para benceno, 0-1 ppm (partes por millón) acetaldehído, y 0-10 ppm (partes por millón) metanol en dióxido de carbono. El límite detectable más bajo (por sus siglas en inglés LDL) para benceno es 2 ppb y LDL para acetaldehído es 10 ppb. Las concentraciones son analizadas separadamente y desplegadas en una manera secuencial.

El detector de ionización de llama en esta unidad usa hidrógeno puro al 100 % como un combustible para la combustión. Aire libre de hidrocarburos es requerido para combustión y debe ser conectado a 40 psig.

El analizador es equipado con función de calibración automática para controlar la calibración de gas (ajuste de gas) entregado al analizador. La calibración de gas es presentada para el analizador, a través de válvula solenoide la cual es parte del bloque de auto calibración.

Para la calibración de ajuste, use una mezcla preparada de 0.9 ppm acetaldehído + 90 ppb benceno + 9 ppm metanol en dióxido de carbono. Este debe estar disponible en el sistema a 15 psig.

1.3.1.3. Modelo 6200: analizador H₂S fluorescencia UV

TAI (2015) menciona que el principio de operación consiste en:

...El analizador modelo 6200T UV fluorescente para sulfuro de hidrógeno juntos con el M501 convertidor térmico es un sofisticado sistema de análisis usado para medir el contenido total de azufre en una muestra de gas. El convertidor térmico termalmente oxida algún contenido de sulfuros en la muestra de gas a dióxido de azufre y dirige su salida trasera al modelo 6200T, el cual es específicamente diseñado para medir precisamente la fluorescencia ultravioleta de moléculas excitadas de SO_2 . Este modelo está configurado con un rango de análisis global de 0 – 1000 ppb de total de azufre (Figura 9).

La pantalla táctil del modelo 6200T está equipado con válvulas de auto calibración que permite calibración el cambio de gases de calibración y el tiempo para ser controladas automáticamente.

El modelo 6200T requiere una fuente de gas de ajuste que contenga 800 ppm de sulfuro de carbonilo (por sus siglas en inglés COS) en CO_2 . Gas cero producido mediante el paso del gas de muestra, a través de lavadores internos.

El modelo 6200T requiere un instrumento fuente de aire a 40 psig. (p.7)

2. DESARROLLO DE LA INVESTIGACIÓN

La segunda fase de la investigación describe las diferentes etapas que se desarrollaron para lograr los objetivos propuestos, en el orden en que se fueron realizando:

2.1. Para verificar el objetivo número uno: “Identificar las sustancias indeseables que se encuentran presentes en el proceso de purificación de dióxido de carbono”

Se determinaron describiendo los principios de funcionamiento y operación de los analizadores en línea: Modelo 4020 analizador de total de hidrocarburos, Modelo 4060 analizador de acetaldehído, metanol y benceno o GC PRO FID y Modelo 6200 analizador H₂S fluorescencia UV.

2.2. Para alcanzar el objetivo número dos: “Analizar los gases patrón y de operación para calibración y funcionamiento de los analizadores en línea”

Se determinaron las concentraciones de los gases patrón para calibración de los analizadores, tomando en cuenta las impurezas potenciales en la fuente de la materia prima citadas en la tabla I y las directrices de la calidad del CO₂ grado bebidas citadas en la tabla III.

Así también el grado de calidad de los gases de operación para el funcionamiento de analizadores en línea, se determinaron de acuerdo a la información traducida al español del manual de los equipos y las

especificaciones de hojas técnicas de gases de alta pureza comercializados en la región, como aire grado cero, hidrógeno y nitrógeno UHP, según catálogo de PAGSA 2016.

2.3. Para el logro del objetivo número tres: “Estandarizar el procedimiento de calibración y operación del proceso de purificación de dióxido de carbono utilizando la metodología de analizadores en línea”

Se describieron cada una de las metodologías de analizadores en línea de acuerdo al manual de uso, de los procedimientos de calibración y operación.

2.4. Para verificar el objetivo número cuatro: “Aplicar la metodología de analizadores en línea, en el proceso de purificación de dióxido de carbono”

Se procedió realizando entrenamiento teórico-práctico del personal del área de calidad responsable de los equipos, socializando los procedimientos como parte teórica y realizando las actividades de operación y calibración in situ como parte práctica, registrando la participación del personal, a través de un listado de asistencia.

2.5. Para alcanzar el objetivo número cinco: “Evaluar los beneficios de la implementación de monitoreo en línea en el proceso de purificación de dióxido de carbono”

Se realizó poniendo en operación el monitoreo, a través de los analizadores y verificando por medio del instrumento “Lista de verificación de revisión de gases de operación, gases patrón y calibración” la correcta

manipulación de los equipos que se comprueba con los registros generados del personal encargado que fue entrenado.

3. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS

3.1. Para alcanzar el objetivo número uno: “Identificación de sustancias indeseables que se encuentran presentes en el proceso de purificación de dióxido de carbono”, se describen los principios de funcionamiento de cada uno de los analizadores en línea

3.1.1. Determinación de hidrocarburos totales, a partir de Modelo 4020 analizador de total de hidrocarburos

3.1.1.1. Principio de operación

La muestra de gas es mezclada con un combustible (normalmente una composición de hidrógeno y nitrógeno) y una atmósfera de aire ardiendo. Los iones formados en el proceso de combustión causan una conducción eléctrica entre dos electrodos en la cámara de combustión (o detector de célula) que es amplificada por un circuito electrométrico amplificador altamente sensible. La salida eléctrica del amplificador electrométrico es directamente proporcional a la cantidad presente de llama ionizable de hidrocarburos y es lineal en todo el rango de 0 – 60,000 ppm metano (Figura 7).

Aplicaciones:

- Monitoreo de pureza de oxígeno, argón, nitrógeno y otros gases en la manufactura de semiconductores y equipo relacionado.

- Monitoreo de contaminación de hidrocarburos en licuefacción de aire y otros procesos de producción de gas.
- Certificación de pureza de gas, etc.

Según el manual el modelo 4020: Analizador de total de hidrocarburos usa un detector de ionización de llama y está configurado para medir el total de hidrocarburos contenidos desde cuatro diferentes flujos de muestra manualmente cambiadas al analizador, a través del bloque de válvulas.

El modelo 4020 tiene configurados tres rangos de análisis, de 0-10/0-100/0-1000 ppm total de hidrocarburos en una atmosfera de dióxido de carbono. Usa 100 % de hidrógeno como un combustible para la combustión. Un aire libre de hidrocarburos es requerido para la combustión y debe ser conectado a 40 psig. Esta fuente es compartida con el modelo 4060.

Usa 100 % dióxido de carbono como gas cero y 80 ppm CH₄ en dióxido de carbono como gas de ajuste en la calibración del analizador. Estos gases deben estar disponibles en el sistema a 20 psig.

3.1.1.2. Teoría operacional

El analizador de hidrocarburos totales modelo 4020 está compuesto de tres subsistemas:

- Sistema de muestreo
- Celda detectora.
- Pantalla y control de procesamiento de señal electrónica.

- Sistema de muestreo:

Todos los componentes usados para la muestra control y soporte de gases, así como la porción de combustión de la celda detectora, están localizadas dentro del recinto, detrás del panel de control electrónico y son accesibles por el frente corredizo de la unidad fuera de la carcasa del recinto. Los ajustes son hechos usando los controles apropiados en el panel frontal.

El software en el modelo 4020 permite que el sistema sea usado para análisis una muestra de gas de dos orígenes diferentes, O₂ y N₂. Una calibración separada debe ser desarrollada en cada una de las muestras o combinación de muestras. Los parámetros de combinación están internamente almacenados y son apropiadamente aplicados cuando el usuario selecciona el gas específico de la combinación en uso.

NOTA: el usuario debe suplir la válvula necesaria y algún equipo de conexión asociada para dar la muestra correcta o mezcla de combinación de gas al analizador.

El analizador básico consiste en una cámara isotérmica conteniendo el regulador de presión, medidores de presión y restrictores de flujo. La temperatura fuera de la cámara es mantenida a 125°F por un elemento de calefacción. La temperatura regulada de la cámara asegura un flujo estable de gas. Un módulo opcional de auto calibración (AutoCal) está disponible una vez ha sido instalado, se monta dentro de la caja del instrumentó e integra con el sistema de muestra. Es conveniente permitir conexión entre la muestra y los gases de calibración. Cuando son instalados, es parte de la cámara isotérmica, el flujo de *bypass* es también controlado desde este panel opcional.

- Puertos de entrada

El analizador es equipado con puertos para la introducción de aire, combustible, gas cero, gas patrón y muestra de gas.

- Sistema de control de flujo de muestra

El flujo de muestra es alcanzado por mantenimiento constante de presión, a través de un restrictor del uso de un sistema de regulación de retorno de presión, el cual incluye un regulador ajustable, medidor de presión, válvula reguladora y flujómetro. La válvula reguladora y el flujómetro están incluidos tanto como el flujo de *bypass* requerido puede ser limitado para el regulador de retorno de presión. Sin estos controles, el punto de presión alto de muestra debería resultar innecesario probar la muestra a través del regulador.

Los componentes del sistema son un rearrreglo para que no baje el volumen presente en el canal de muestra hacia la celda detectora. Estas garantías rápidas responden a cambios en la concentración de hidrocarburos “un factor que puede ser demostrado cuando el patrón y el gas cero son intercambiados durante el procedimiento de estandarización.

Los restrictores usados en este sistema se parecen entre sí, ellos no son intercambiables.

- Combustible y sistema de aire cero

El combustible y el sistema de aire cero usan componentes similares. El flujo estable es conseguido por un mantenimiento de presión constante, a través de restrictores “río arriba” desde la celda. Cada sistema incorpora un

regulador de presión ajustable, medidor de presión y restrictor. Una luz de “llama apagada” es encendida para indicar que hay fallo de llama. Una válvula solenoide de “combustible apagado” montada sobre la línea que supe el combustible para el flujo de combustible en caso de apagado de llama. Esta válvula es localizada en línea con el puerto de combustible, excepto por instrumentos usando hidrógeno como muestra de gas. En este caso, la muestra es usada como un combustible y la válvula es localizada en línea con el puerto de muestra, la figura 10 muestra para un flujo esquemático de instrumentos equipados con válvulas AutoCal y la figura 11 para instrumentos sin opción de AutoCal.

- Celda de detección de ionización de llama

La muestra y el combustible son combinados dentro una conexión en T, localizada en la cámara isotérmica. La mezcla de gas es emitida desde un quemador dentro del conjunto del sensor. El blanco de aire es introducido dentro del sensor (o celda) por medio de un conector separado que está localizado en la base de la sección de la unión. La mitad superior del conjunto contiene el encendedor del ánodo, colector y protector de llama. La celda está localizada a mano izquierda de la parte frontal dentro del recinto para facilitar el acceso (Figura 12).

- Celda detectora:

La sección superior de la celda de ionización de llama de acero inoxidable aloja el electrodo colector cilíndrico, la bovina de alto voltaje (+260 VAC) ánodo-encendedor y el termistor de detección del circuito de protección de llama, sección transversal de la celda (Figura 12).

Advertencia: existe un alto voltaje peligroso en la bobina del encendido del ánodo (+260 VCC). No intente desconectar el cable de la bobina del encendedor ni desmontar ninguno de los componentes de la celda de ionización de llama sin desconectar la alimentación y desconectar el cable de alimentación.

El conector está interconectado con el electrómetro-amplificador de la tarjeta de la PC por un cable coaxial. Aunque el cable y los accesorios están destinados a un servicio coaxial, el cable se utiliza realmente como una conexión blindada de un solo conductor.

El ánodo encendedor como nombre implica servir para dos funciones. Cuando el relé K2 de la PCB pieza número B74671 es energizada, la bobina se convierte en un elemento de calefacción eléctrica que brilla en rojo y enciende el combustible de hidrógeno. Cuando el relé K2 de la B71671 es desenergizada, la bobina es conectada a la terminal de DC +260 voltios de la tarjeta de la PC de la potencia de la protección ánodo-llama. En esta configuración es necesario establecer un diferente potencial entre la bobina (ánodo) y colector para promover ionización de la quema de hidrocarburos.

La bobina funciona como el ánodo de alto voltaje en las tres posiciones de rango del selector de encendido.

El termistor actúa como el sensor en el circuito de protección de la llama. La resistencia a temperatura ambiente está en la región de 100 K ohm. Cuando la llama está encendida la resistencia es reducida por un factor de 100. El termistor es acoplado a un control de circuito semi-conductor sobre la tarjeta de la PC de la fuerza poder de protección del ánodo-llama, el cual será descrito en la siguiente sección.

La celda de electrodos de ambos ánodo-encendido y termistor de protección de llama son conectados al chasis electrónico por medio de un cable conector.

La sección del electrodo de la celda puede ser removida por inspección por apagado del poder, desconectando el conector del electrodo y removiendo los tornillos, los cuales retienen la junta del electrodo en el cuerpo del sensor.

- Electrómetro amplificador

El cable colector es acoplado directamente a una unión coaxial localizada en la tarjeta madre del electrómetro amplificador de la computadora. La tarjeta madre de la computadora personal está localizada en la pared del panel siguiente, pero fuera de la cámara isotérmica (Figura 13) y consiste de un electrómetro amplificador y un amplificador operacional. Este circuito convertidor de “alto aumento” de voltaje, teniendo una entrada de medición de billones de ohm. Este es sensible a la estática y altamente susceptible a contaminación. Especial cuidado debe tenerse en manipulación de esta tarjeta de PC.

- Proveedor ánodo de potencia:

Los componentes de la potencia de alto voltaje del ánodo, son montados en la tarjeta de circuito impresa de la fuerza poder del ánodo. La regulación de alta tensión se logra mediante el uso de diodos Zener conectados en serie. La simplicidad de este diseño de circuitos puede ser atribuida a la extremadamente baja demanda actual de circuito ánodo. La salida de voltaje positiva es nominalmente 125 voltios. La tolerancia de salida es ± 10 voltios desde 125 voltios especificados.

- Protector de circuito de llama:

Un termistor controlado, circuito interruptor transistorizado es empleado para operar un relé en el evento de una condición de “llama apagada”. Una válvula solenoide de luz en panel indicador y combustible apagado es operada por el relé como alarma personal que ha ocurrido una condición de “llama apagada”.

- Circuito de ignición de llama:

La temperatura de la cámara isotérmica conteniendo los componentes de la muestra, está regulada por un circuito de termistor dirigido. El termistor y elemento de calentamiento electrónico están localizados en la cámara y el balance de los componentes de circuito es montado en la tarjeta de circuito impresa de temperatura controlada. Un interruptor de límite de temperatura protege la cámara isotérmica en contra de la temperatura excesiva, el cual puede ocurrir si falla el sistema de temperatura controlada.

3.1.2. Modelo 4060 analizador de acetaldehído, metanol y benceno o GC PRO FID.

El analizador usa una columna de separación de gas de interés, por ejemplo, benceno, desde los otros hidrocarburos en la muestra de gas. Usando un gas acarreador y una válvula de conmutación del microprocesador accionado, el gas eludido es analizado en el detector de ionización de llama y la columna se lava de nuevo para aceptar la muestra fresca para el próximo ciclo.

La salida eléctrica del amplificador electrométrico es directamente proporcional a la cantidad presente de llama ionizable de hidrocarburos presente sobre los rangos de interés (Figura 14).

3.1.2.1. Aplicaciones

- Monitoreo de concentración de acetaldehídos, metanol y benceno, de gas de dióxido de carbono para uso en la industria de bebidas.
- Monitoreo de contaminación aromática en licuefacción de aire y otros procesos de producción de gas.
- Certificación de pureza de gas.

El analizador modelo 4060 es configurado con un sensor detector de ionización de llama (por sus siglas en inglés FID) y columnas empaquetadas cromatografía de gas que separa los hidrocarburos para análisis individual de benceno, acetaldehído y metanol en rango de 0 – 100 ppb (partes por billón) para benceno, 0-1 ppm (partes por millón) acetaldehído, y 0-10 ppm (partes por millón) metanol en dióxido de carbono. El límite detectable más bajo (por sus siglas en inglés LDL) para benceno es 2 ppb y LDL para acetaldehído es 10 ppb. Las concentraciones son analizadas separadamente y desplegadas en una manera secuencial.

El detector de ionización de llama en esta unidad usa hidrógeno puro al 100 % como un combustible para la combustión. Aire libre de hidrocarburos es requerido para combustión y debe ser conectado a 40 psig.

El analizador es equipado con función de calibración automática para controlar la calibración de gas (ajuste de gas) entregado al analizador. La

calibración de gas es presentada para el analizador a través de válvula solenoide la cual es parte del bloque de auto calibración.

.Para la calibración de ajuste, use una mezcla preparada de 2 ppm acetaldehído + 90 ppb benceno + 9 ppm metanol en dióxido de carbono. Este debe estar disponible en el sistema a 20 psig.

3.1.2.2. Principio de operación:

El analizador GC-PRO FID incorpora una interfaz HMI que utiliza una pantalla LCD sensible al tacto con menús agrupados lógicamente, para un acceso fácil e intuitivo a todas las funciones. Las características soportadas por la interfaz HMI del sistema recién diseñada incluyen:

- La adquisición de datos de sensores, el registro de datos y la supervisión de la salud del sistema se realizan a través de la pantalla táctil.
- Las actualizaciones de *firmware* de la PCB 89C5131 se pueden llevar a cabo, a través de una interfaz USB 2.0 interna.
- (*Firmware up-grade*) para la placa controladora 9261 se puede llevar a cabo, a través de la interfaz USB 2.0 utilizando la herramienta *SAMBA*.
- Las pruebas autónomas del PCB 89C5131 se pueden realizar a través de la conexión de hiper-terminal de depuración (9600 Kbps) en el panel posterior.

El funcionamiento del analizador, incluyendo las funciones de configuración, se realiza desde la pantalla táctil. La pantalla (*HOME*) es la

pantalla principal y la pantalla (*MENÚ*) permite al usuario entrar en cualquier fase de operación, calibración y configuración simplemente tocando el botón específico en pantalla.

- Equipo:

Para operar el analizador (estándar) se requerirán los siguientes gases y herrajes de soporte:

- Combustible: se requerirá un cilindro que contenga una composición de gas de hidrógeno, calidad cero, para suministrar el combustible para el quemador de ionización de llama. El cilindro debe estar equipado con un regulador de diafragma metálico libre de aceite (doble etapa).
- Blanco de aire: se requiere un cilindro de aire comprimido, calidad de gas cero, para mantener la atmósfera apropiada dentro de la celda. El cilindro debe estar equipado con un regulador de diafragma metálico de dos etapas sin aceite.
- Gas portador: se requiere un cilindro de gas nitrógeno, calidad de gas cero, equipado con regulador de diafragma metálico de dos etapas.
- Gas de medición: se requerirá un sistema de cilindro o de sistema de permeación, capaz de generar una concentración conocida de benceno y/u otros hidrocarburos aromáticos de interés, para estandarizar el analizador.

- Regulación de presión de muestra: se debe instalar un regulador de diafragma metálico, libre de aceite, en el punto de muestreo cuando sea posible.

Precaución: los gases utilizados deben ser de la calidad más alta, ultra cero, según se muestra a continuación, el incumplimiento de eso causará contaminación y falta de detección a la exactitud exigida.

Aire: use bomba de aire (agua) con THC menos de 0.1 ppm no use bomba de aire (aceite) bajo ninguna circunstancia.

Combustible: gas hidrógeno, 100 % calidad cero con total de hidrocarburos (THC) menos de 0.5 ppm.

Gas acarreador: gas de nitrógeno, ultra cero con total de hidrocarburos (THC) menos de 0.05 ppm.

- Lista de verificación preliminar de apagado

Realice las siguientes comprobaciones de la instalación antes de continuar con el procedimiento de puesta en marcha:

- Compruebe que la muestra y la instalación de gas soporte estén de acuerdo con las especificaciones requeridas en las secciones de instalación. Asegúrese de que los gases de soporte son de la composición adecuada y están conectados a los accesorios correctos en la parte posterior del analizador.

- Compruebe que la instalación eléctrica cumpla con las instrucciones contenidas en la sección de instalación y en el diagrama de entrada-salida.
 - Retire la cubierta superior y compruebe que las placas de circuitos impresos y los cables estén firmemente asentados en sus respectivos zócalos.
 - Confirme que las conexiones de la grabadora y la alarma están correctamente hechas.
- Encendido de la unidad

Antes de aplicar alimentación al analizador por primera vez, realice las siguientes comprobaciones:

- Asegúrese de que la potencia adecuada 120/220 VAC 50/60 Hz esté disponible.
- Conecte el cable de alimentación de AC al panel trasero y luego conecte el otro extremo a la red eléctrica. Tan pronto como se establece la alimentación, la unidad se encenderá.
- Compruebe que los *LED*'s de alimentación, *CPU* y *COM* se iluminen y que la pantalla logo *Teledyne* aparezca en la pantalla.
- Momentáneamente, la pantalla de *Teledyne* será reemplazada por una segunda pantalla de estado que muestre el modelo, el número de serie, la versión de (*software*) y otros parámetros específicos de su instrumento.
- Se necesita un tiempo de calentamiento de una hora para que los calentadores internos alcancen la temperatura requerida y se

estabilicen. La pantalla indicará una cuenta atrás a medida que avanza el período de calentamiento.

- Durante el período de activación se debe activar los gases de soporte.
 - Después del calentamiento, el sistema iniciará una rutina de autodiagnóstico y mostrará los resultados como "OK" o "Falla"
 - Una vez finalizada la prueba de autodiagnóstico, el instrumento intentará encender la llama.
- Activación de los gases de soporte

Los controles de gas del instrumento están situados en el panel frontal adyacente a la pantalla táctil como se muestra en la figura 15, vista del panel frontal del regulador y los gases. Asegúrese de que los siguientes gases de soporte están disponibles en el analizador:

- Aire: (sin THC) para la combustión
- Gas portador: (generalmente nitrógeno).
- Combustible: 100 % hidrógeno
- Gas de calibración: típicamente 70-90 % del componente medido en el intervalo de interés en un gas de fondo limpio.

Aire:

- Ajuste el regulador de la fuente de aire a 40 psig.
- Ajuste el regulador de aire del analizador hasta que el medidor de presión de aire lea la presión de aire recomendada de 7.0 psig.

Después que el aire fluye a través del sensor y el tiempo de calentamiento ha sido completado, active los siguientes gases:

Gas portador:

Ajuste el regulador de la fuente de gas portador a 80 psig y ajuste el regulador de muestra del analizador hasta que el manómetro de muestra muestre la presión de muestra recomendada de 7.0 psig.

Gas de medición:

- Introduzca el gas de calibración en el analizador. La conmutación de gas puede realizarse manualmente o manejarse, a través de las válvulas de calibración automática (si se agrega la opción).
- Observe que el medidor de flujo de la muestra del analizador lee de 0.3 a 1.0 SCFH.

Combustible

- Abra la válvula principal de la fuente de combustible y ajuste el regulador de presión de combustible a 40 psig.
- Ajuste el regulador de combustible hasta que su manómetro lea la presión recomendada de 4.0 psig.

Nota: Ajuste los ajustes de combustible sólo cuando el *LED* rojo (luz de fallo de llama) está apagado.

- Bomba de muestreo

Se proporciona una bomba de muestra incorporada para extraer el gas de muestra del aire ambiente. El caudal de gas debe mantenerse entre 1000 y 1200 cc/minuto utilizando la válvula de control de flujo del panel frontal (en sentido horario aumenta el caudal) figura 15.

- Ignición de la llama

Después de que la cuenta regresiva de calentamiento en la pantalla llegue a cero, abra la puerta de control de gas y observe que la lámpara del calentador de color ámbar está parpadeando (indicando que el controlador de temperatura está manteniendo el punto de ajuste de temperatura) y la lámpara roja de encendido en el panel frontal (Figura 15).

3.1.3. Modelo 6200: Analizador H₂S fluorescencia UV

El analizador modelo 6200T UV fluorescente para sulfuro de hidrógeno juntos con el M501 convertidor térmico es un sofisticado sistema de análisis usado para medir el contenido total de azufre en una muestra de gas. El convertidor térmico termalmente oxida algún contenido de sulfuros en la muestra de gas a dióxido de azufre y dirige su salida trasera al modelo 6200T, el cual es específicamente diseñado para medir precisamente la fluorescencia ultravioleta de moléculas excitadas de SO₂. Este modelo está configurado con un rango de análisis global de 0 – 1000 ppb de total de azufre, figura 9.

La pantalla táctil del modelo 6200T está equipado con válvulas de auto calibración que permite el cambio de gases de calibración y el tiempo para ser controladas automáticamente.

El modelo 6200T requiere una fuente de gas de ajuste que contenga 800 ppm de sulfuro de hidrógeno (por sus siglas en inglés H₂S) en CO₂. Gas cero producido mediante el paso del gas de muestra, a través de lavadores internos. El modelo 6200T requiere un instrumento fuente de aire a 40 psig.

3.2. Para alcanzar el objetivo número dos: “Analizar los gases patrón y de operación que se necesitan para calibración y funcionamiento de los analizadores en línea”:

Se determinó que la concentración de los gases patrón para calibración de los analizadores requerida, tomando en cuenta las impurezas potenciales en la fuente de la materia prima citadas en la tabla I y las directrices de la calidad del CO₂ grado bebidas citadas en la tabla III son las descritas en la tabla IV. En las figuras 16 a la 19 del anexo 1, se muestran los certificados de calidad de las concentraciones de gases patrón que fueron requeridas para el estudio.

Así también el grado de calidad de los gases de operación para el funcionamiento de analizadores en línea, se determinó de acuerdo a la información traducida al español del manual de los equipos y las especificaciones de hojas técnicas de gases de alta pureza comercializados en la región, los cuales son: aire grado cero, hidrógeno y nitrógeno UHP, según catálogo (PAGSA, 2016) anexo 1, de los cuales sus certificados de calidad se muestran en las figuras 20 a la 22.

3.3. Para el logro del objetivo número tres: “Estandarizar el procedimiento de calibración y operación del proceso de purificación de dióxido de carbono utilizando la metodología de analizadores en línea”, se describen cada una de las metodologías de analizadores en línea de acuerdo al manual de uso de la manera siguiente:

Previo a la estandarización de los procedimientos de calibración y operación de analizadores, se cumplieron con los pasos siguientes:

- Con la planta funcionando, se encendió el vaporizador enviando dióxido de carbono líquido al rack de analizadores a una presión de 15 psig, lo cual se verificó en el panel de presión y flujo de entrada (Figura 23).
- Se colocó en modo “*by pass*” la entrada de dióxido de carbono líquido a rack de analizadores, al menos por 20 minutos para eliminar contaminación, a través de este venteo.
- Se encendió el *switch* (ON).
- Observación importante es considerar, si la planta estuvo parada por un largo tiempo (más de una semana), se debe esperar el tiempo fijado por el fabricante: 4 horas, para calentamiento de todos los equipos especialmente el analizador 4020 (Total de hidrocarburos) antes de encenderlo. Si es por pocas horas esperar al menos dos horas.

NOTA: Si la planta para por un par de horas, no deben cerrarse los gases de operación: hidrógeno, nitrógeno y aire, si pasa más de dos horas o hasta una semana se cierran los gases en mención para evitar su consumo, pero no se apagan los analizadores y deben mantenerse energizados para no perder la calibración vigente.

- En el panel de presión y flujo de dióxido de carbono de ingreso a *rack* de analizadores, véase figura 23, el regulador de presión debe estar en un rango de 10 a 15 psi., el medidor de flujo “*by pass flow*” debe estar en 2 L/min.; el regulador de flujo de muestra debe estar en 3 psi. Y el medidor de flujo “*sample flow*” debe estar en 1 L/min.

3.3.1. Analizador 4020: analizador de hidrocarburos totales equivalentes a metano, para procedimiento de calibración y operación deben seguirse los lineamientos siguientes

3.3.1.1. Calibración

Gases utilizados en éste analizador:

- Gas patrón (*SPAN*): metano en CO₂, con una concentración de 70-80 ppm. La presión de salida del cilindro debe ser 20 psig.
- Gas Zero: CO₂ grado UHP 99.999 %, la presión de salida del cilindro debe ser 20 psig.

Para el detector FID:

- Gas combustible (*FUEL*): H₂ al 99.999 %, la presión de salida del cilindro debe ser 40 psig.
- Gas comburente: Aire grado cero, la presión de salida del cilindro debe ser 40 psig.

Información que debe tenerse a mano cuando se realice la calibración:

- Certificado del cilindro patrón (*SPAN*) para verificar la concentración.

NOTA: No olvidar abrir la válvula del *span* previo a hacer la calibración.

Para dar inicio a la calibración se deben verificar las siguientes presiones:

- El aire (*AIR*) a la entrada del analizador debe ser 10 psig.
- El combustible H₂ (*FUEL*) a la entrada del analizador debe ser de 5 psig.
- La muestra (*SAMPLE*) que es el CO₂ líquido proveniente del proceso, debe tener una presión de 6 psig a la entrada del analizador (Figura 24A).
- Verificar y/o ajustar el flujo de la muestra mediante el "*Sample Bypass*"; la lectura debe ser 1.0.

NOTA: Debe ventearse el gas patrón (*span*) y aire de 10 a 20 minutos antes de calibrar.

Ajustar el gas *ZERO* de la siguiente forma:

- Seleccionar *VALVE SELECTIONS* (Figura 24B)
- *(ENTER)*
- *V SETUP*
- *ENTER*
- Con la flecha cambiar a *USER SELECT* (Figura 24C)
- *ENTER*
- Bajar con la flecha a *VALVE* y dar *ENTER* nuevamente
- Elegir *Always Zero V* (Figura 24D)
- *ENTER*
- *ESCAPE*

- Con las flechas buscar *Zero* (Figura 24E)
- (*ENTER*)
- Con las flechas buscar *Zero Begin* (Figura 24F)
- (*ENTER*)
- Dar (*ENTER*) nuevamente (en esta opción es equivalente a *YES*)
- Esperar a que los números de la pantalla se estabilicen en un rango de entre -2 a 2

Nota 1: mientras se espera a que estabilice el rango, en la pantalla aparecerá Delay y números variando, luego Settle y un porcentaje variando (Figura 24G).

Nota 2: una manera práctica de darse cuenta cuando la calibración está lista es que en la pantalla de letras verdes aparece el rango de la siguiente forma: R2: 0-100 ppm

Ajustar del (*SPAN*) de la siguiente forma:

- Seleccionar (*VALVE SELECTIONS*)
- (*ENTER*)
- (*V SETUP*)
- (*ENTER*)
- Con la flecha cambiar a (*USER SELECT*)
- (*ENTER*)
- Bajar con la flecha a (*VALVE*) y dar (*ENTER*) nuevamente
- Elegir (*ALWAYS SPANV*) (Figura 24H).
- (*ENTER*)
- (*ESCAPE*)
- Con las flechas buscar (*SPAN*) (Figura 24I).
- (*ENTER*)

- Con las flechas bajar a la concentración
- (*ENTER*)
- La concentración ya puede modificarse usando las flechas; debe ajustarse el valor al indicado en el certificado o en el cilindro (Figura 24J).
- (*ENTER*)
- Buscar con las flechas a (*SPAN BEGIN*) (Figura 24K).
- (*ENTER*)
- Dar (*ENTER*) nuevamente (en esta opción es equivalente a *YES*)
- Esperar a que los números de la pantalla se estabilicen en la concentración del patrón; el último dígito puede ser diferente a la del patrón.

- Nota 1: mientras se espera a que estabilice el rango, en la pantalla aparecerá (*DELAY*) y números variando, luego (*SETTLE*) y un porcentaje variando (Figura 24L).

- Nota 2: una manera práctica de darse cuenta cuando la calibración está lista es que en la pantalla de letras verdes aparece el rango de la siguiente forma: R2: 0-100 ppm.

Una vez que se calibran (*ZERO*) y (*SPAN*) se debe ingresar con las flechas en (*VALVE SELECTION*):

- (*ENTER*)
- (*V SETUP*)
- (*ENTER*)
- Buscar (*DEFAULT*) con las flechas
- (*ENTER*)

Después de todo el proceso, se debe volver a la pantalla inicial.

- Dar (*ESCAPE*).
- Cerrar la válvula del gas (*SPAN*) y gas (*ZERO*).
- Anotar la calibración realizada en el registro respectivo.

3.3.1.2. Procedimiento de operación:

Lista de comprobación preliminar en modo de apagado, se deben hacer las siguientes comprobaciones de la instalación antes de seguir adelante en el procedimiento de encendido.

- Comprobar que las instalaciones de muestra y gases de operación estén de acuerdo con las especificaciones dadas en la sección de instalación y aplicación del manual. Asegurarse que los gases de operación estén en las composiciones apropiadas y estén conectados correctamente en la parte trasera del analizador.
- Revisar que las instalaciones eléctricas estén conforme a las instrucciones contenidas en la sección de instalación y en el diagrama de entrada y salida.
- Abrir la puerta y revisar que las placas de circuito estén impresas y los cables estén firmemente fijados en sus enchufes respectivos.
- Confirmar que las conexiones de registro y alarma estén propiamente hechas.

Poniendo el sistema en operación:

- Presionar el interruptor de encendido en la posición *ON*.

- Dejar al menos 2 horas de calentamiento (calentar el sensor y el sistema de muestreo) después de hacer el ajuste de aire que se describe a continuación. El tiempo de calentamiento ya está fijado en el software de fábrica.

IMPORTANTE: No intente encender la llama durante la cuenta regresiva del calentamiento (al menos 2 horas). Puede ocurrir condensación.

Activando los gases de operación:

AIRE (analítico grado cero)

- Fijar el regulador del cilindro de aire a 40-50 psig.
- Ajustar el instrumento de regulador de aire, hasta que la lectura del medidor de presión aire sea la presión de aire recomendada.

Después que el aire esté fluyendo a través del sensor y el tiempo de calentamiento se ha completado, activar los siguientes gases:

Gas patrón de CO₂ grado investigación (*sample gas* o *CO₂ Grade Research*): Fijar el regulador del cilindro de muestra de gas entre 20 a 30 psig. y ajustar el instrumento regulador de muestra de gas hasta que la lectura del medidor de presión sea la presión de muestra recomendada.

Gas patrón de metano (*span gas*)

- Alimentar el gas patrón al analizador. Este instrumento tiene una característica válvula de selección automática para direccionamiento de la muestra o gas de calibración al analizador.
- Fijar el regulador del gas patrón entre 20 a 30 psig. o igualar la presión de la muestra.

- Observar que la lectura de la presión del medidor de la muestra, aun sea la presión recomendada y que el flujómetro de *bypass* lea de 0.5 a 1.0 SCFH (*standard cubic feet per hour*).

Combustible (*fuel* o hidrógeno UHP)

- Abrir la válvula principal del cilindro y fijar la presión del regulador del cilindro de combustible a 40 psig.
- Para evitar los golpes de ariete al instrumento del regulador del combustible, abra lentamente la válvula secundaria hasta que esté completamente abierta.

NOTA: ajustar el combustible solo cuando la *LED* roja (fallo de luz de llama) está apagada.

Encendido de la llama

- Observar que después que la cuenta atrás del temporizador del calentamiento llegue a cero (temporizador para precalentar el sensor), la luz ámbar del calentador parpadea (lo que indica que el controlador de temperatura está manteniéndose en la temperatura fijada) y la lámpara roja de fallo de llama roja está encendida.
- El modelo 4020 automáticamente intentará una secuencia de encendido de llama seguidamente del período de calentamiento, el cual fue pre fijado en la fábrica. Si el proceso de encendido falla, el instrumento intentará encender la llama una segunda vez. Si la falla continúa después de cinco intentos, un mensaje de fallo de llama aparecerá en el monitor.

3.3.2. Analizador 4060: Analizador de benceno, acetaldehído y metanol

3.3.2.1. Calibración

Gases utilizados en éste analizador:

- Gas patrón (*SPAN*): 1 a 3 ppm de acetaldehído, 1 a 8 ppm de metanol y 80 a 90 ppb de benceno en N₂. La presión de salida del cilindro debe ser 30 psig.
- Gas acarreador: N₂ al 99.999 %. La presión de salida del cilindro debe ser de 80 psig.

Para el detector FID:

- Gas combustible (*FUEL*): H₂ al 99.999 %, la presión de salida del cilindro debe ser 30 psig.
- Gas comburente: aire grado cero, la presión de salida del cilindro debe ser 30 psig.

Información que debe tenerse a mano cuando se realice la calibración: tener a la vista el certificado del cilindro patrón (*SPAN*) para verificar la concentración.

Nota: este analizador no es sensible al flujo pero si a la presión. No olvidar abrir la válvula del *span* previo a hacer la calibración.

Para dar inicio a la calibración, se deben verificar las siguientes presiones:

- Que el flujómetro marque entre 1.0 - 1.5
- Revisar las presiones de entrada al detector:
 - Para el gas acarreador (N_2), debe estar a 7.5 - 9 psig.
 - Para el gas combustible (H_2), debe estar a 6 psig.
 - Para el aire, debe estar a 7 psig. (Figura 25A).
- Ir a la pantalla principal, (Figura 25B).
- (MENÚ) figura 25C.

Para abrir la válvula *SPAN*:

- (SETTINGS) figura 25D.
- (CHANGE STREAM) figura 25E.
- (SELECT VALVE) (presionar la flecha hasta encontrar *SPAN*) figuras 25F y 25G.
- (UPDATED) figura 25H.
- Presionar (OK) figura 25I.

Para ajustar la concentración del *SPAN*:

- (CALIBRATION) figura 25J.
- (*SPAN*) figura 25K.
- Escoger en el grupo de 0 a 4 los parámetros que se van a calibrar (Figura 25L).
- Ajustar la concentración del (*SPAN*) (no olvide guardar los cambios que haga en la concentración) figura 25LI.
- (ENTER) figura 25M.
- (OK) figura 25N.
- (Yes) Yes/No: No (Figura 25Ñ). Yes (Figura 25O).
- (OK) figura 25P

- (*SPAN BEGIN*) figura 25Q.
- (*OK*) figura 25R.
- Calibrándose aparece intermitente el *SPAN*), figura 25S.
- Calibrado (desaparece el *SPAN*) figura 25T.

Para modificar tiempos Timing (Figuras 25U y 25V):

- (*PARAMETERS*) figura 25W.
- Editar cada uno de los compuestos:

S00: acetaldehído (Figura 25X):

- Posicionarse en los campos para modificar tiempo de inicio (*BEGIN*) y tiempo final (*end*) y dar (*OK*). Y luego (*ENTER*) figura 25Y.
- Hacer el mismo procedimiento con S01: metanol (Figuras 25Z y 25AA).

S02: Benceno (Figuras 25AB y 25AC):

Luego de calibración regresar al (*MENÚ*) figura 25C.

Para abrir la válvula (*ANALYZE*):

- (*SETTINGS*) figura 25D.
- (*CHANGE STREAM*) figura 25E.
- (*SELECT VALVE*), presionar la flecha hasta encontrar (*ANALYZE*) figura 25F.
- (*UPDATED*) figura 25H.
- Presionar (*OK*) figura 25I.

- Cerrar la válvula del gas *SPAN*.
- Hacer la anotación de la calibración realizada.

Notas Importantes:

- *OVERLAY*: es importante para verificar que el equipo está estable. Su función es mostrar gráficamente las últimas cinco corridas de muestra que han pasado por el equipo. Cada vez que se presiona la tecla *OVERLAY* se grafica una nueva corrida.

Se tienen tres cuadrantes en la gráfica:

- S00 corresponde al pico del acetaldehído.
- S01 corresponde al pico del metanol (no se mide por la fuente)
- S02 corresponde al pico del benceno
- Temperatura: el equipo ya tiene fijada las temperaturas. Éstas no deben cambiarse, porque el equipo es sensible. Si la temperatura es más alta de la fijada el gráfico se mueve hacia adelante y si la temperatura es más baja el gráfico se mueve hacia atrás.
- Si se presenta mucho ruido en el cromatograma, se debe dejar el gas acarreador (N₂) corriendo hasta lograr que desaparezca. Para verificar éste punto se debe volver al gráfico presionando *OVERLAY*.

3.3.2.2. Procedimiento de operación:

Básicamente del numeral 3.3.2.1. Toda la sección “Para dar inicio a la calibración” y posteriormente toda la sección “Para abrir la válvula (*ANALYZE*)” son los pasos que se refieren a la operación del analizador 4060.

3.3.3. Analizador 6200T: analizador de azufre total

3.3.3.1. Calibración

Gases utilizados en éste analizador:

- Gas patrón (*SPAN*): H₂S, con una concentración de 800 ppb. La presión de salida del cilindro debe ser 20 psig.
- Gas Zero: aire que se encuentra en la cámara trasera del analizador, que es tomado de la atmósfera.

Información que debe tenerse a mano cuando se realice la calibración:

Tener a la vista el certificado del cilindro patrón (*SPAN*) para verificar la concentración.

No olvidar que la válvula del gas que se va a calibrar, debe estar abierta.

La calibración consta de los siguientes pasos

Calibración de cero:

- Presionar (*CALZ*) figura 26A.
- Presionar (*LOW*) figura 26B,
- (*ENTER*) figura 26C.
- Esperar a que estabilice (*STB* debe ser igual o cercano a cero)
- (*ZERO*) figura 26D.
- (*ENTER*) figura 26E.
- (*EXIT*) figura 26F.

Para calibrar gas *SPAN*

- (*CALS*) figura 26G.
- (*LOW*) figura 26H.
- (*ENTER*) figura 26I.
- Esperar a que estabilice (*STB* debe ser igual o cercano a cero) figura 26J.
- (*ENTER*) figura 26K.
- (*EXIT*) figura 26L.
- Cerrar la válvula del gas *SPAN*.

Hacer anotación de la calibración realizada.

Notas importantes: si fuera necesario cambiar la concentración del *SPAN*, puede hacerse pulsado la tecla *CONC* y utilizando las teclas que se despliegan en esa pantalla. Para ello se contará con una lista de cotejo, para evaluar si se cumplen aspectos como:

- Correcto procedimiento de encendido/apagado de analizadores en línea.
- Correcto procedimiento de calibración de analizadores en línea.
- Correcto procedimiento de generación de gráficas de medición de impurezas en proceso de dióxido de carbono, a partir de analizadores en línea.

3.3.3.2. Procedimiento de operación

El analizador 6200T (analizador de azufre total), en su panel frontal no tiene reguladores de presión ni medidores de flujo, trabaja bajo las mismas condiciones fijadas de los analizadores 4020 y 4060.

Debe estar siempre en modo “*Sample*”.

3.4. Para el logro del objetivo número cuatro: “Aplicar la metodología de analizadores en línea en el proceso de purificación de dióxido de carbono”, se procedió de la manera siguiente:

Se realizó entrenamiento teórico-práctico del personal del área de calidad responsable de los equipos, socializando los procedimientos como parte teórica y realizando las actividades de operación y calibración *in situ* como parte práctica. Se registró la participación del personal por medio de un listado de asistencia que se adjunta en la figura 27.

3.4.1. Aplicación de metodología de calibración y operación de analizador 4020 total de hidrocarburos:

- Se conectó en línea los analizadores 20 minutos en modo *bypass* para ventear.
- Se encendió el equipo, se abrió válvula de entrada de dióxido de carbono del proceso (*SAMPLE GAS*) y se verificó que el regulador y medidor de desviación de flujo “*bypass flow*” y flujo de muestra “*sample flow*” estuvieran marcando entre 10 y 15 psi y 2 L/m y 3 psi y 1.0 L/min respectivamente.
- No se abrió hasta el momento ningún gas de operación, ni patrones.
- Luego de los veinte minutos, se inició el proceso en el analizador 4020. Se fueron abriendo las válvulas de los siguientes gases:
 - Gases de operación: aire analítico grado cero y gas combustible: hidrógeno (H₂) se abrió regulador a 40 psig.

Cuatro horas después del calentamiento del analizador, tiempo fijado de fábrica para que no haya condensación que dañe el mismo internamente, se abren los gases patrón o “*span gas*”:

- Gas de muestra o “*zero gas*”: dióxido de carbono grado “Investigación” a 30 psig.
- Gas patrón o “*Span gas*”: se abrió regulador de metano a 30 psig.
- Automáticamente se inició, sin embargo, al principio dio el error *FLAME FAILURE, CHECK AIR & FUEL*, que indicaba que no había suficiente flujo de aire y combustible, se revisó el marcaje de reguladores de presión de dichos gases y estaba a 15 psig. debajo de la presión requerida, por lo que se aumentó a 40 psig.
- Quince minutos después se finalizó la calibración del cero, numeral 3.3.1.1. (Figuras 24B a 24F) y veinte minutos después la calibración con gas patrón (Figuras 24G a 24L).

3.4.2. Aplicación de la metodología de calibración y operación de analizador 6200T total de azufre como sulfuro de hidrógeno:

La calibración se realizó de acuerdo a los pasos del numeral 3.3.3.1 (Figuras 26A a 26L).

3.4.3. Aplicación de la metodología de calibración y operación de analizador 4060 determinación de acetaldehídos (ACA), metanol (MeOH) y benceno (BZN):

- Se revisaron los parámetros del eje de la gráfica (Figuras 28A y 28B):

Y – Low	0	} estaba y se
Y – High	400,000	

Y – Low 80,000 } estaba y se
 Y – High 200,000 } varió a →

- Y Se modificaron los limites varias veces, hasta que la curva se aprecia en su máxima expresión (Figuras 28C y 28D):

Y – Low: -50,000 }
 Y – High: 200,000 }

- Se revisaron los límites de los pares termoelectrónicos y estaban de la siguiente forma:

	<i>Set</i>	<i>High Limit</i>
<i>Sample</i>	100°	110°
<i>Sensor</i>	50°	65°
<i>Column</i>	75°	101°

- Los tiempos de resolución de picos estaban así (Figura 28E):

<i>Timing</i>	<i>Begin Time</i>	<i>End Time</i>
S00 (ACA)	5:40	8:20
S01 (MeOH)	9:00	12:00
S02 (BZN)	5:20	8:30

- Modifiqué la temperatura de “*Sample*” disminuyendo en 5°C y aumenté en 5°C la temperatura de “*Column*”. Al modifica valor de temperatura en “*Sample*”, variará tiempo de resolución de picos de S00 y S01 y cuando se modifica valor de temperatura en “*Column*” afecta pico de S02,

benceno. Esto se hace para que los picos salgan más a la izquierda (aumento de temperatura) o si se requiere de lado contrario, disminuir la temperatura en 5°C si es que no salen bien centrados dentro de las líneas verticales de la gráfica.

	<i>Set</i>	<i>High Limit</i>	
<i>Sample</i>	100°	110°	se modificó a 95°C
<i>Sensor</i>	50°	65°	
<i>Column</i>	75°	101°	se modificó a 80°C

- Quedando de la siguiente forma:

	<i>Set</i>	<i>High Limit</i>
<i>Sample</i>	95°	110°
<i>Sensor</i>	50°	65°
<i>Column</i>	80°	101°

- Luego se esperó aproximadamente dos horas debido a que los tiempos de resolución de los picos S00 y S01 salen en el *Forward* aproximadamente en los primeros quince minutos; posteriormente a los quince minutos la válvula cambia a *Back Ward* y sale el pico de S02. Para observarse cambios en los tiempos de resolución, se debe esperar por lo menos dos ciclos (ciclo= 48 minutos) que son aproximadamente las dos horas.
- Las gráficas obtenidas se describen en las figuras 28F y 28G.
- Posteriormente hubo necesidad de centrar los picos S00 (ACA) y S02 (BZN) por lo cual aumenté la nuevamente la temperatura del “*Sample*” en 5°C y no varié temperatura de “*Column*”.

	<i>Set</i>	<i>High Limit</i>
<i>Sample</i>	100°	110°
<i>Sensor</i>	50°	65°
<i>Column</i>	80°	101°

- Se esperó dos ciclos más (dos horas) y se dejó corriendo el patrón.
- Al revisar el cromatograma el pico de S02 no se observa centrado, por lo cual se aumentó la temperatura de “*Column*” en 5°C nuevamente:

	<i>Set</i>	<i>High Limit</i>	
<i>Sample</i>	100°	110°	
<i>Sensor</i>	50°	65°	
<i>Column</i>	—80°→	101°	85°C

- Quedando así:

	<i>Set</i>	<i>High Limit</i>
<i>Sample</i>	100°	110°
<i>Sensor</i>	50°	65°
<i>Column</i>	85°	101°

- Se comprobó que se accionó el *ENTER* al cambiar la temperatura de “*Column*” y se aseguró que la válvula estuviera en modo *SPAN* y no en *ANALYZE*.

- Se varió el *Timing* así:

	<i>Begin Time</i>	<i>End Time</i>	
S00 (ACA)	5:40	—→ 8:20	8:45
S01 (MeOH)	—9:00→	9:15	—12:00→ 13:45
S02 (BZN)	5:20	8:30	NO VARIAR

- Se esperó dos horas para observar cambios y los cromatogramas obtenidos fueron las figuras 28H y 28I.
- Se esperó dos horas más para observar cambios en las gráficas, sobre todo picos centrados y las figuras 28J y 28K fueron las obtenidas.

Al no estar centrados los picos de S01 y S02 y estar de la forma siguiente:

<i>Timing</i>	<i>Begin Time</i>	<i>End Time</i>
S00 (ACA)	5:40	8:45
S01 (MeOH)	9:15	13:45
S02 (BZN)	5:20	8:30

- Se modificó los tiempos de inicio y finalización de las curvas de la siguiente forma:

<i>Timing</i>	<i>Begin Time</i>	<i>End Time</i>	
S00 (ACA)	5:40	8:45	Se queda igual
S01 (MeOH)	9:15 → 8:50	13:45 →	12:00
S02 (BZN)	5:20 → 2:10	8:30 →	6:00

- Se esperó dos horas más para observar cambios en las gráficas y las figuras 28L y 28M fueron las obtenidas. Al modificar los tiempos de inicio y finalización de las curvas de cada uno de los compuestos, son independientes entre sí y lo que importa es que la curva esté dentro de las líneas verticales pero antes de que empiece a subir (curva), no necesariamente a la misma distancia de los extremos hacía en medio.

El analizador 4060 quedó calibrado y en operación.

Se complementó el entrenamiento, socializando con el personal, el procedimiento “Verificación de condiciones de operación y calibración de analizadores” que se adjunta en el anexo 2.

3.5. Evaluación de los beneficios de la implementación de monitoreo en línea en proceso de purificación de dióxido de carbono, se hizo a través de la siguiente propuesta de la investigación:

3.6. Propuesta de monitoreo en línea del proceso de purificación de dióxido de carbono

Se evaluó la propuesta de la implementación del monitoreo en línea en el proceso de purificación de dióxido de carbono, por medio del instrumento “Lista de verificación de revisión de gases de operación, gases patrón y calibración” de los diferentes analizadores (Tabla V), formato que fue llenado por el personal responsable mensualmente de junio a septiembre de 2016.

Por medio de los registros generados (Tabla VI a IX) y el visto bueno del jefe del proceso encargado, se confirmó que el entrenamiento proporcionado fue asimilado en alto porcentaje al realizarlo acertadamente.

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La identificación de sustancias indeseables que se encuentran presentes en el proceso de purificación de dióxido de carbono, de acuerdo al objetivo 1, se realizó describiendo los principios de funcionamiento de analizadores en línea modelos 4020 medición de concentración en ppm de metano y 4060 medición de concentración en ppm de acetaldehído, ppm de metanol y ppb de benceno.

Al analizar los gases patrón y de operación necesarios para la calibración y funcionamiento de los analizadores en línea, según objetivo 2, en primer lugar se consultó información de las primeras fases de la elaboración de este estudio, en PAGSA, según (G. Fuentes, entrevista personal el 15 de marzo de 2016), se usan analizadores tipo Teledyne para determinar trazas de oxígeno, nitrógeno y argón en un gas cero o atmósfera de un gas en el cual no reaccione por ejemplo, en un balance de nitrógeno UHP.

Para la estandarización del procedimiento de calibración y operación del proceso de purificación de dióxido de carbono utilizando la metodología de analizadores en línea, de acuerdo al objetivo 3, basándome en la bibliografía TAI (2015), fue necesario la traducción de los procedimientos de operación y calibración de cada uno de los analizadores en línea 4020, 4060 y 6200T.

La aplicación de la metodología de calibración y operación de analizadores en línea en el proceso de purificación de dióxido de carbono, según objetivo 4, se hizo mediante el entrenamiento teórico-práctico del personal, quien a futuro tendrá la responsabilidad del equipo, por ello se realizó

la parte operación y posterior calibración cada uno. También se elaboró un registro de asistencia (Figura 27) y se les proporcionó el instructivo para consulta y guía al momento que se les requiriera ponerlo en operación o calibración.

La evaluación de la propuesta de la implementación de monitoreo en línea en el proceso de purificación de dióxido de carbono de acuerdo al objetivo 5, se realizó mediante lograr el funcionamiento de los analizadores en línea posteriormente al entrenamiento teórico práctico del personal responsable.

4.1. Análisis interno

Para la identificación de las concentraciones, durante la instalación de los analizadores y apertura de válvulas de gases de operación se dañó la válvula solenoide de entrada del gas acarreador o nitrógeno al analizador 4060 GC Pro, por lo cual en ese momento no fue posible completar instalación, ese analizador fue enviado al fabricante y devuelto con las recomendaciones (anexo 3) de seguir paso a paso la instalación de acuerdo al manual, sobre todo, la abertura de gases de operación de cilindro a analizador, gradualmente para evitar daños a válvulas, uso de dos cilindros del mismo gas con conexión de (*by pass*) para evitar en el cambio de cilindro por agotamiento del que está en uso, se extinga la llama pause el funcionamiento del analizador. Recomendación del fabricante fue también que los analitos acetaldehídos, benceno y metanol podían estar contenidos en un mismo patrón de calibración y no por separado como inicialmente fueron fabricados lo cual evitará mala calibración accidental por confusión de los analitos, lo cual se verifica en la comunicación vía correo con el técnico de TAI Ángel Alegría, 16/11/2015 (Anexo 4), debido que al tener

por aparte acetaldehído-benceno y metanol solo se lograba la calibración de acetaldehído, pero no de benceno .

Se determinaron las concentraciones de los analitos de cada gas patrón tomando en cuenta la información de la tabla I, o fuentes comunes de donde se obtiene el dióxido de carbono, sobre todo, porque describe los analitos de acuerdo a la fuente de obtención, que para este estudio es la fermentación anaeróbica y la tabla III que proporciona las directrices de calidad para el CO₂ grado bebidas, que son los lineamientos que los clientes requieren a la empresa en cuanto a calidad e inocuidad del producto. Por lo que la tabla IV recoge las concentraciones idóneas de cada patrón certificadas por el proveedor, para metano 78.5 ppm, acetaldehídos 2 ppm, benceno 85 ppb, metanol 5 ppm y sulfuro de hidrógeno 774 ppm.

Se describieron inicialmente los parámetros requeridos de presión y flujo de muestra de dióxido de carbono que alimenta los analizadores, así como el excedente del mismo flujo que sale del rack como se indica en la figura 23.

Luego se describieron a detalle los pasos necesarios para lograr la calibración de cada uno de los analizadores con las concentraciones de los gases de calibración requeridas (Figuras 16 al 19) y grado de calidad de gases de operación para cada uno de los analizadores (Figuras 20 al 22). Por cada analizador, se describió también el procedimiento de operación para estandarizarlo, se creó el documento con los procedimientos estandarizados que posteriormente se socializaría con el personal responsable de la manipulación de los equipos.

Este nuevo monitoreo difiere de la metodología anterior de determinación de sustancias indeseables, porque inmediatamente se observa el rastreo de

dichas sustancias a través de pantallas y en tiempo real, en comparación con la metodología antigua que se realizaba a una muestra aleatoria al finalizar el lote de producción, veinticuatro horas después.

El personal logró operar los analizadores y posteriormente calibrarlos durante los meses de agosto a septiembre 2016, verificándose a través del uso del formato (Tabla V) o lista de cotejo “Lista de verificación de presiones de gases de operación antes y después de calibrar”.

4.2. Análisis externo

En la identificación de sustancias indeseables, el analizador modelo 4020, total de hidrocarburos de acuerdo a TAI (2015):

...utiliza en primer lugar una mezcla de gases como combustible, “cien por ciento hidrógeno y aire libre de hidrocarburos, la combustión en ambos genera iones que hacen el papel de conductores eléctricos”, entre dos electrodos, que permiten tener una señal amplificada de la cantidad de llama ionizable de hidrocarburos en un rango entre 0 a 60,000 ppm como metano en una atmósfera de dióxido de carbono como gas de muestra (TAI 2015, p.5).

El analizador 4060 a través de un detector de ionización de llama (FID) y columnas empaquetadas de cromatografía gaseosa de acuerdo a TAI (2015, p.3) “separa los hidrocarburos para análisis individual de benceno, acetaldehído y metanol en rango de 0-100 ppb para benceno, de 0 – 1 ppm para acetaldehído y de 0-10 ppm de metanol en una atmósfera de nitrógeno”.

Para la determinación de la presencia de total de azufre como sulfuro de hidrógeno (H_2S), se describió el principio de funcionamiento del modelo de analizador 6200T UV fluorescente, el cual en conjunto con el M501 convertidor térmico “oxida térmicamente cualquier contenido de sulfuros en la muestra de gas a dióxido de azufre (SO_2) que dirige su salida al 6200T y este mide la

fluorescencia ultravioleta de moléculas excitadas de SO₂ en un rango de 0-1000 ppb” (TAI, 2015 p.19).

El uso de estos analizadores responde a la necesidad de determinar impurezas en pequeñas concentraciones y tal como lo cita (G. Fuentes, entrevista personal, 15 de marzo de 2016), “el uso de analizadores *Teledyne* son más exactos para monitorear pequeñas concentraciones tipo trazas en ppm en ciertos procesos de obtención de gases por ejemplo”.

La importancia del uso de estos detectores para la medición en tiempo real, funcionan mediante dos tipos de detectores: detector de conductividad térmica (*TCD* por sus siglas en inglés) y detector de ionización de llama (*FID* por sus siglas en inglés).

El primer detector funciona, según *Agilent Technologies* (2000):

...separando la corriente del gas portador, pasándola por un par de filamentos, la muestra que pasa por un filamento diluye el gas portador, este filamento se calienta, cambiando su resistencia en comparación con el filamento de referencia y responde a todos los compuestos con una conductividad térmica diferente de la del gas portador o sea la lectura.

El segundo detector de acuerdo a *Agilent Technologies* (2000) “es probablemente el más popular”. De acuerdo a *Teledyne Analytical Instruments* (2015) “la combustión de la muestra en una llama de hidrógeno y aire produce iones que se recogen y se convierten en una corriente. El FID es más sensible que el TCD”. p. 15

Se determinó en el análisis de gases patrón y de operación, que los modelos de analizadores 4020 y 6200T requieren patrones de calibración en el cual los analitos se encuentren en balance con dióxido de carbono por ser éste

el producto al que se requiere medir las impurezas, no así para el modelo 4060 que requiere los analitos en un balance con nitrógeno, puesto que en una atmósfera de dióxido de carbono los analitos tienden a reaccionar de acuerdo a recomendación del fabricante. En la tabla IV se describen las concentraciones de los gases patrón y en las figuras 16 a la 19, los certificados de calidad de dichos gases utilizados.

También se tomó en cuenta según TAI (2015), que el principio de operación consiste en que “la muestra de gas es mezclada con un combustible (normalmente una composición de hidrógeno y nitrógeno) y una atmósfera de aire ardiendo” (p.2). Por lo que los gases de operación que cumplían con especificaciones del fabricante de ultra alta pureza (*UHP* por sus siglas en inglés), fueron los gases como aire zero grado analítico, hidrógeno y nitrógeno *UHP* del catálogo PAGSA, 2016 (p. 8, 39 y 52), según lo muestra los apéndices 1 al 3, por lo que los certificados de calidad correspondientes a estos gases de operación de los analizadores, se muestran en ese mismo orden en las figuras 20 a la 22.

La estandarización de los procedimientos de calibración y operación de los analizadores en línea dio paso a contar con el instructivo “Verificación de condiciones de operación y calibración de analizadores 4020, 4060 y 6200T” (anexo 2) que electrónicamente y físicamente el personal responsable tendrá acceso; esto por su parte facilita que cualquier persona con las competencias y entrenamiento adecuado, pueda realizar los procedimientos de operación y calibración.

En la aplicación de la metodología de calibración y operación de analizadores en línea por medio del entrenamiento teórico-práctico del personal responsable, se generaron las figuras 23, 24(A a L), 25(A a AC) y 26(A a L),

material que apoyará futuras calibraciones por ejemplo a las persona responsable de realizarlas, no digamos de la puesta en operación de los mismos, luego de un paro de producción.

Los registros generados por medio de las listas de cotejo, fueron codificadas internamente por la empresa como MXR022 (Tablas VI a IX), dichos registros evidencian la puesta en marcha de este nuevo monitoreo en las auditorías de los clientes, sobre todo, el cliente de fuerte demanda que solicitó la implementación de esta nueva metodología. Esta metodología implementada servirá de base al momento que la empresa agregue en el futuro, el monitoreo de otras impurezas por medio de analizadores en línea, puesto que ya se tiene todo un el sistema montado.

CONCLUSIONES

1. Se identificaron las sustancias indeseables describiendo los principios de funcionamiento de analizadores en línea, modelos 4020, 4060 y 6200T, los dos primeros, a través de una señal amplificada de llama ionizable de hidrocarburos y el tercero midiendo el sulfuro de hidrógeno por oxidación térmica, mediante la fluorescencia ultravioleta de dióxido de azufre (SO₂) presente.
2. Se analizó y determinó que la concentración de los gases patrón para calibración de analizadores en línea, debe ser en base a los analitos presentes en la materia prima y el grado de calidad del producto final de acuerdo a norma internacional consultada; y los gases de operación de acuerdo a las indicaciones del manual de equipo y especificaciones técnicas de los gases ultra puros comercializados en la región.
3. Se estandarizó la metodología de calibración y operación, mediante la descripción de los procedimientos de encendido, calibración y puesta en operación, de forma clara y sencilla para facilitar la manipulación del personal responsable de los equipos.
4. Se aplicó la metodología de calibración y operación de los analizadores en línea, mediante el entrenamiento teórico-práctico del personal de calidad responsable de los equipos.
5. La evaluación de la propuesta se realizó, mediante la puesta en marcha exitosa de este nuevo monitoreo, que se evidencia con los registros

“Listado de verificación de condiciones antes y después de calibración y operación” de analizadores en línea, de los meses de agosto a septiembre del 2016.

6. La presente investigación da respuesta a la problemática de la falta de metodología de monitoreo en línea de sustancias indeseables, al plasmar sistemáticamente los procedimientos utilizados para: la identificación de dichas sustancias, análisis de concentraciones de patrones y gases de operación para calibración y funcionamiento de analizadores, estandarización de procedimientos de calibración y operación, puesta en marcha de calibración y operación de los equipos; y la evaluación de beneficios obtenidos mediante de la implementación.

RECOMENDACIONES

1. De seguir con la identificación de sustancias indeseables en el proceso de purificación de dióxido de carbono, por medio de los analizadores en línea 4020, 4060 y 6200T, revisar regularmente actualizaciones de estos modelos para contar con la tecnología que haga rápido y versátil el monitoreo.
2. En el análisis de las concentraciones idóneas de gases patrón de calibración y gases de operación, debe revisarse periódicamente si investigaciones recientes, indican presencia de otras sustancias no deseables en el dióxido de carbono que mediante el principio de operación de los analizadores puedan ser monitoreadas contando con los patrones de adecuados.
3. Teniendo estandarizados los procedimientos de operación y calibración, revisar periódicamente los instructivos y verificar que correspondan a las actividades realizadas por el personal; así también establecer un procedimiento paralelo que en caso, que las alarmas en la pantalla del equipo de cómputo indique lecturas de sustancias indeseables en el dióxido de carbono líquido cercanas a los límites máximos, se redireccione éste a un tanque específico para producto fuera de especificación.
4. De seguir con la aplicación de la actual metodología de calibración y operación de los analizadores, retroalimentar capacitando regularmente al personal responsable de los equipos.

5. Actualizar cuando se requiera lista de cotejo de verificación de condiciones antes y después de calibración y operación, sobre todo, si se realizan modificaciones en la línea de producción donde se realiza el monitoreo a través de los analizadores en línea, para asegurar el buen desempeño y la eficacia del sistema de gestión ISO 9001:2015, a través del seguimiento y medición de los cambios realizados y luego de realizar el análisis de peligros HACCP (por sus siglas en inglés), en cumplimiento con la norma ISO 22000:2005 también certificada en la empresa.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Ávila Castellanos, J. E. (2014). *Uso de la herramienta PMBOK en la gestión de la calidad para la trazabilidad de los reclamos del cliente por producto no conforme en empresa de fabricación de productos de acero*. Guatemala.
2. CARBOX, S.A. (15 de octubre de 2015). SGIA. *Política de Inocuidad*. Retalhuleu, Retalhuleu, Guatemala.
3. CARBOX, S.A. (11 de abril de 2016). GPF001 *Política y objetivos de gestión 2016*. Retalhuleu, Retalhuleu, Guatemala.
4. Castillo Villeda, R. (2011). *Restauración de rendimiento de una instalación para captación y purificación de gas carbónico (CO₂) en una industria de bebidas*. Guatemala.
5. Castro, Y. (26 de octubre de 2015). *Verificación y calibración de analizadores*. Río Cuarto, Grecia, Costa Rica.
6. CGA. (29 de noviembre de 2011). *CGA Regulatory Alert (RA-104)*. Chantilly, Virginia, EE.UU. p.1-4.
7. European Industrial Gases Association AISBL. (2008). *Carbon dioxide source qualification quality standards and verification*. [versión electrónica]. IGC Doc 70/08/E. p.1. Bruselas, Bélgica, Bélgica.

8. Instruments, T. A. (30 de marzo de 2015). Part Number - Q007437. C.O. 44414 CDQC System. City of Industry, California, EE.UU: Union Engineering North America LLC.
9. Instruments, T. a. (30 de marzo de 2015). *Support & Calibration gases for CDQC Analyzers*. City of Industry, California, EE.UU.
10. ISBT. (30 de noviembre de 2010). *Bulk carbon dioxide quality guidelines*. Dallas, Texas, USA.
11. ISO 9000:2015, *Sistemas de gestión de la calidad*. Fundamentos y vocabulario. Suiza. p.22
12. Molina, S. (2010). *Monografía del CO2*. Productos del Aire, S.A. p.1-23.
13. Molina, S. (2012). *¿Qué tan inocuos son los materiales que se utilizan en la purificación del Dióxido de Carbono?* Productos del Aire, S.A. p.2
14. Molina, S. (2016). *Hojas de Especificaciones Técnicas*. Productos del Aire, S.A. p.8, 39 y 52.
15. Molina, S. (2017a). *Aplicaciones del dióxido de carbono*. Productos del Aire, S.A., p.1-2.
16. Molina, S. (2017b). *La congelación criogénica de los alimentos*. Productos del Aire, S.A., p. 2.

17. Molina, S. (2018). *Hoja de Datos de Seguridad de los Materiales*. Productos del Aire, S.A. p.1.
18. Molina, S. (2018c). *Cuadro de resumen de las aplicaciones de los gases y productos criogénicos*. Productos del Aire, S.A. p.1
19. NTC-ISO 22000 (2005). *Sistemas de gestión de inocuidad de los alimentos*. Requisitos para cualquier organización en la cadena alimentaria. Bogotá: ICONTEC. p.2
20. Piloña Ortiz, G. A. (2016). *Guía práctica sobre métodos y técnicas de investigación documental y de campo*. Guatemala: GP Editores.
21. Technologies, A. (2 de junio de 2000). *Operación de la Chemstation Agilent del GC-MSD y del equipo*. Volumen 1 G1701CA versión C 00.00 Referencia del curso H4043A Manual para el usuario. 1. Alpharetta, Georgia, EE.UU.
22. Teledyne. (17 de abril de 2016). www.teledyne-ai.com. Obtenido de [www.teledyne-ai.com: http://www.teledyne-ai.com/industrial/cat_specialapps.asp#gaschromatography](http://www.teledyne-ai.com/industrial/cat_specialapps.asp#gaschromatography)
23. Velasco, F. *Analizadores de proceso en línea*. Consultado el 11 de agosto de 2018, de <http://www.editdiazdesantos.com/>
24. Velásquez, M. (12 de noviembre de 2009). *Manual MSD-BIOKIM*. Guatemala.

APÉNDICES

1. Especificaciones del producto: Aire grado zero
2. Especificaciones del producto: Hidrógeno UHP
3. Especificaciones del producto: Nitrógeno UHP

Especificaciones del producto: aire grado zero

Productos del Aire de Guatemala, S. A.



EMPRESA CERTIFICADA ISO 9001:2008
Certificado: CH 12/1178



Versión 04-2016-AGE, de fecha 1 de enero de 2016

ESPECIFICACIONES DE PRODUCTO (TDS TECHNICAL DATA SHEET)

Aire grado zero

Identificación de la Empresa

Nombre de la empresa: Productos del Aire, S. A. – Fabrigas, S. A.
Dirección de la empresa: 41 Calle 6-27 zona 8. 01008 Guatemala
Teléfono y Fax: (502) 2421 0400, (502) 2440 9666
Teléfono de Emergencia: 1-801-OXIGENO, 1-801-6944366
Página Web: www.productosdelaire.com

Identificación del Producto

Código del Producto: 12086007
Nombre del Producto: Aire grado cero
Indicación del nombre: Aire de contenido nulo de hidrocarburos totales para fines analíticos.
Nombre Químico: Aire
Fórmula Química condensada: N₂/O₂
Nombre DOT^[1]: Aire comprimido
Número CAS^[2]: 25635-88-5
Número UN^[3]: UN1002
Grado de Pureza: para análisis
Composición
Oxígeno (O₂): 19,5 – 23,5 %
Nitrógeno (N₂): 76,5 – 80,5 %
Hidrocarburos totales (CH₄): max 1 ppm
Humedad (H₂O): max 3 ppm

[1] Department of Transportation of United States of America (Nombre usual para efectos de transporte)
[2] Chemical Abstracts Service (Número de identificación internacional del material de acuerdo al Servicio de Resúmenes Químicos)
[3] United Nations (Número de identificación establecido por la Organización de las Naciones Unidas)

Propiedades Físicas

Estado natural, apariencia, olor:	Gas incoloro e inodoro	Gas incoloro e inodoro	
Peso Molecular:	28.975 g/mol		
Densidad del gas:	1.2000 Kg/m ³	0.07493 lb/cf	a 21.1 °C ó 70 °F y 1 atm
Gravedad Específica gas (Aire = 1)	1.000	1.000	a 21.1 °C ó 70 °F y 1 atm
Punto de Ebullición:	-194.3 °C	-317.8 °F	a 1 atm
Punto de Fusión	-216.2 °C	-357.2 °F	a 1 atm
Solubilidad en agua (v/v):	0.0292	0.0292	a 0 °C ó 32 °F y 1 atm

Identificación del Envase

Tipo de Cilindro: Cilindro de alta presión HP200
Especificación DOT: DOT-3AA-2265
Material de fabricación: Acero
Capacidad: 220 scf
Presión: 2200 psig
Válvula de conexión: CGA-590
Color del Envase: Blanco

Productos del Aire de Guatemala, S.A. 41 calle 6-27 zona 8, 01008 Guatemala, C.A. PBX: (502) 2421-0400 FAX: (502) 2440-9666
e-mail: info@productosdelaire.com

Especificaciones del producto: hidrógeno UHP

Productos del Aire de Guatemala, S. A.



EMPRESA CERTIFICADA ISO 9001:2008
Certificado: CH 12/1178



Versión 05-2016-AGE, de fecha 1 de enero de 2016

ESPECIFICACIONES DE PRODUCTO (TDS TECHNICAL DATA SHEET)

Hidrógeno UHP

Identificación de la Empresa

Nombre de la empresa: Productos del Aire de Guatemala, S. A.
Dirección de la empresa: 41 Calle 6-27 zona 8. 01008 Guatemala
Teléfono y Fax: (502) 2421 0400, (502) 2440 9666
Teléfono de Emergencia: 1-801-OXIGENO, 1-801-6944366
Página Web: www.productosdelaire.com

Identificación del Producto

Código del Producto: 83901026
Nombre del Producto: Hidrógeno UHP
Indicación del nombre: Hidrógeno de ultra-alta pureza
Nombre Químico: Hidrógeno
Fórmula Química condensada: H₂
Nombre DOT^[1]: Hidrógeno comprimido
Número CAS^[2]: 1333-74-0
Número UN^[3]: UN1049
Grado de Pureza: 5.0
Composición
Hidrógeno (H₂): min 99.999 %
Nitrógeno (N₂): max 5 ppm
Humedad (H₂O): max 2 ppm
Oxígeno (O₂): max 1 ppm
Hidrocarburos totales (CH₄): max 0.5 ppm

[1] Department of Transportation of United States of America (Nombre usual para efectos de transporte)

[2] Chemical Abstracts Service (Número de identificación internacional del material de acuerdo al Servicio de Resúmenes Químicos)

[3] United Nations (Número de identificación establecido por la Organización de las Naciones Unidas)

Propiedades Físicas

Estado natural, apariencia, olor:	Gas incoloro e inodoro	Gas incoloro e inodoro	
Peso Molecular:	2.0158 g/mol		
Densidad del gas:	0.0834 Kg/m ³	0.00521 lb/cf	a 21.1 °C ó 70 °F y 1 atm
Densidad del líquido:	68.6 Kg/m ³	4.28 lb/cf	en el punto de ebullición
Gravedad Específica gas (Aire = 1)	0.0695	0.0695	a 0 °C ó 32 °F y 1 atm
Punto de Ebullición:	-252.7 °C	-423 °F	a 1 atm
Punto de Fusión:	-259.2 °C	-434.6 °F	a 1 atm
Solubilidad en agua (v/v):	0.019	0.019	a 15.6 °C ó 60 °F y 1 atm

Identificación del Envase

Tipo de Cilindro: Cilindro de alta presión HP200
Especificación DOT: DOT-3AA-2015
Material de fabricación: Acero
Capacidad: 220 scf
Presión: 2200 psig
Válvula de conexión: CGA-350
Color del Envase: Rojo

Productos del Aire de Guatemala, S.A. 41 calle 6-27 zona 8, 01008 Guatemala, C.A. PBX: (502) 2421-0400 FAX: (502) 2440-9666
e-mail: info@productosdelaire.com

Especificaciones del producto: nitrógeno UHP

Productos del Aire de Guatemala, S. A.



EMPRESA CERTIFICADA ISO 9001:2008
Certificado: CH 12/1178



Versión 04-2016-AGE, de fecha 1 de enero de 2016

ESPECIFICACIONES DE PRODUCTO (TDS TECHNICAL DATA SHEET)

Nitrógeno UHP

Identificación de la Empresa

Nombre de la empresa:	Productos del Aire de Guatemala, S. A.
Dirección de la empresa:	41 Calle 6-27 zona 8. 01008 Guatemala
Teléfono y Fax:	(502) 2421 0400, (502) 2440 9666
Teléfono de Emergencia:	1-801-OXIGENO, 1-801-6944366
Página Web:	www.productosdelaire.com

Identificación del Producto

Código del Producto:	32437013
Nombre del Producto:	Nitrógeno UHP
Indicación del nombre:	Nitrógeno para usos analíticos
Nombre Químico:	Nitrógeno
Fórmula Química condensada:	N ₂
Nombre DOT ^[1] :	Nitrógeno comprimido
Número CAS ^[2] :	7727-37-9
Número UN ^[3] :	UN1066
Grado de Pureza:	5.0
Composición	
Nitrógeno (N ₂)	min 99.999 %
Oxígeno (O ₂)	max 1 ppm
Humedad (H ₂ O)	max 1 ppm
Hidrocarburos totales (CH ₄)	max 0.5 ppm

[1] Department of Transportation of United States of America (Nombre usual para efectos de transporte)

[2] Chemical Abstracts Service (Número de identificación internacional del material de acuerdo al Servicio de Resúmenes Químicos)

[3] United Nations (Número de identificación establecido por la Organización de las Naciones Unidas)

Propiedades Físicas

Estado natural, apariencia, olor:	Gas incoloro e inodoro	Gas incoloro e inodoro	
Peso Molecular:	28.0134 g/mol		
Densidad del gas:	1.1605 Kg/m ³	0.07245 lb/cf	a 21.1 °C ó 70 °F y 1 atm
Densidad del líquido:	808.8 Kg/m ³	50.49 lb/cf	en el punto de ebullición
Gravedad Específica gas (Aire = 1)	0.967	0.967	a 21.1 °C ó 70 °F y 1 atm
Punto de Ebullición:	-195.8 °C	-320.4 °F	a 1 atm
Punto de Fusión:	-209.8 °C	-345.7 °F	a 1 atm
Solubilidad en agua (v/v):	0.023	0.023	a 0 °C ó 32 °F y 1 atm

Identificación del Envase

Tipo de Cilindro:	Cilindro de alta presión HP200
Especificación DOT:	DOT-3AA-2015
Material de fabricación:	Acero
Capacidad:	220 scf
Presión:	2200 psig
Válvula de conexión:	CGA-580
Color del Envase:	Café

Productos del Aire de Guatemala, S.A. 41 calle 6-27 zona 8, 01008 Guatemala, C.A. PBX: (502) 2421-0400 FAX: (502) 2440-9666
e-mail: info@productosdelaire.com

ANEXOS

Figura 1. Diagrama de fases del dióxido de carbono

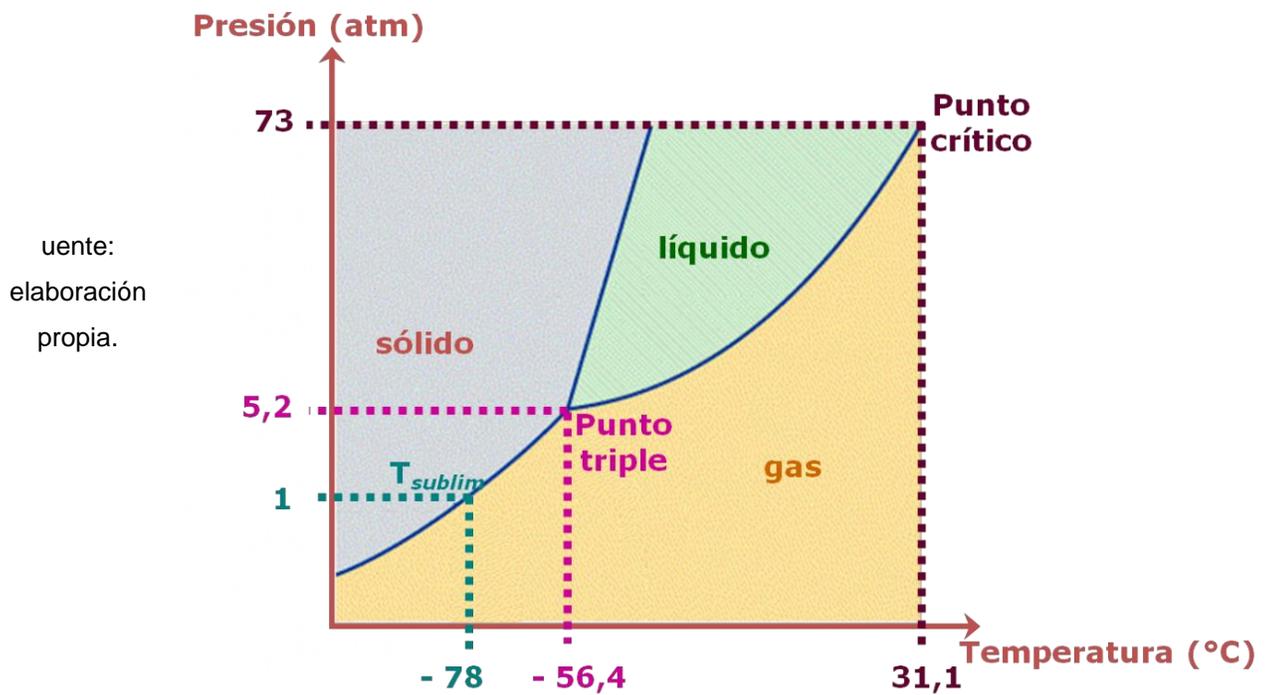
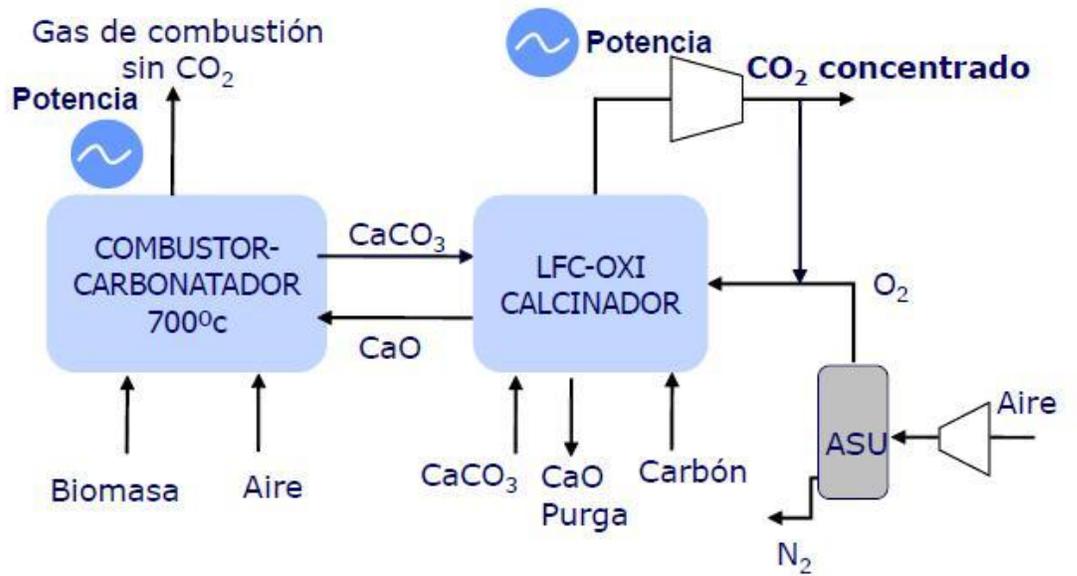


Tabla I. Fuentes de gas crudo y potenciales impurezas

<u>Possible Impurity</u>	Combustion	Wells/ Geothermal	Fermentation	Hydrogen or Ammonia	Phosphate Rock	Coal Gasification	Ethylene Oxide	Acid Neutralization
Aldehydes	X	X	X	X		X	X	
Amines	X			X				
Aromatic Hydrocarbon**	X	X	X	X		X	X	X
Carbon Monoxide	X	X	X	X	X	X	X	X
Carbonyl Sulphide	X	X	X	X	X	X		X
Cyclic Aliphatic Hydrocarbons	X	X		X		X	X	
Dimethyl Sulphide		X	X		X	X		X
Ethanol	X	X	X	X		X	X	
Ethers		X	X	X		X	X	
Ethyl Acetate		X	X			X	X	
Ethyl Benzene		X		X		X	X	
Ethylene Oxide						X	X	
Halocarbons	X					X	X	
Hydrogen Cyanide	X					X		
Hydrogen Sulphide	X	X	X	X	X	X	X	X
Ketones	X	X	X	X		X	X	
Mercaptans	X	X	X	X	X	X	X	
Mercury	X	X				X		
Methanol	X	X	X	X		X	X	
Nitrogen Oxides	X		X	X		X	X	X
Phosphine					X			
Radon		X			X			X
Sulphur Dioxide	X	X	X	X	X	X		X
Toluene		X	X	X		X	X	
Vinyl Chloride	X	X				X	X	
Volatile Hydrocarbons	X	X	X	X		X	X	
Xylene		X	X	X		X	X	

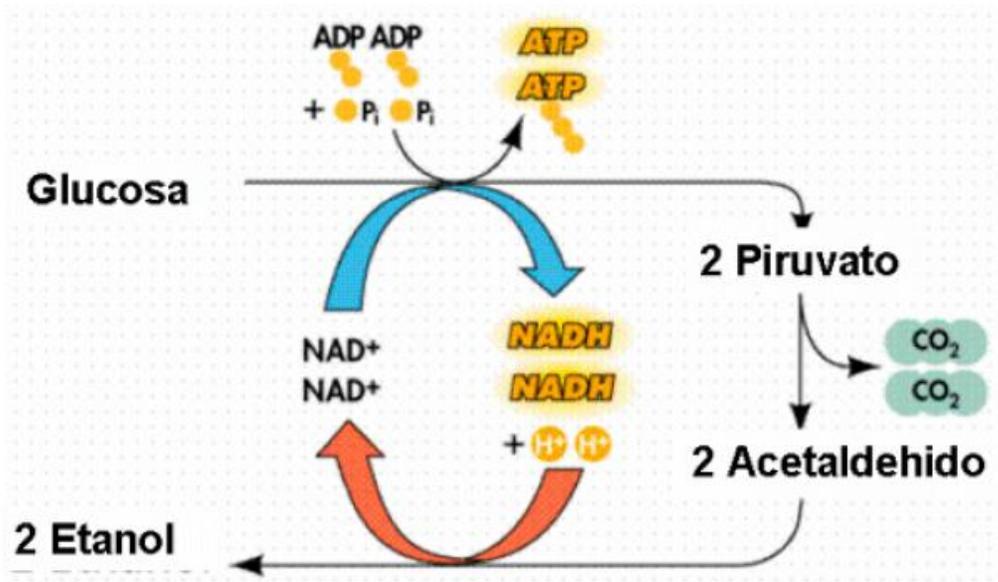
Fuente: ISBT, 2010. p. 16

Figura 2. **Proceso de calcinación de cal y obtención de CO₂**



Fuente: elaboración propia.

Figura 3. Fermentación alcohólica



Fuente: elaboración propia.

Tabla II. **Algunos compuestos volátiles presentes en la fermentación alcohólica**

ELEMENTO	GENÉRICO	REPRESENTATIVO	ORIGEN
Carbono	R-CO-R	Acetaldehído Éteres Esteres Cetonas Aldehídos	Intermediarios de la fermentación
	Ar-	Tolueno Benceno Ciclohexano Monóxido de Carbono Metano	Subproductos de la reducción bioquímica
	R-OH	Etanol Metanol	Productos principales y secundarios
Nitrógeno	R ₃ N	Amoníaco Aminas	Reducción de compuestos nitrogenados
Azufre	S=C	Sulfuro de Carbonilo	Intermediarios carbonilos de reacciones cruzadas
	-S-	Sulfuro de Hidrógeno Tioles Mercaptanos	Reducción de sulfuros orgánicos
	SO _x	Dióxido de Azufre	Subproductos del metabolismo del azufre similar al CO ₂

Fuente: (Molina, Sergio 2009).

Figura 4. **Contaminantes máximos en ppm (v/v) de los tres grados de pureza disponibles en forma industrial**

Componente	Tipo I y Tipo II				Tipo III
	A	B	C	D*	
CO ₂ min % (v/v)	99.5	99.5	99.5	99.95	99.5
Agua max	120	32	120	20	
Punto de Rocío °F	-40	-60	-40		
Hidrocarburos volátiles max	20	20	20	20	
Resíduo no volátil max	10	10	10	10	500
Oxígeno max			30	30	
Amoníaco max				2.5	
Acetaldehido max				0.2	
Monóxido de Carbono max				10	
Hidrocarburos aromát max				0.02	
Azufre total max				0.2	
Sulfuro de Hidrógeno max			1	0.1	
Oxidos de Nitrógeno max			5	5	
Fosfina max			0.3		
Dióxido de Azufre max			5	1	
Sulfuro de Carbonilo max			0.5	0.1	
Acidez min	De acuerdo a norma pH=4.5				
Olor	Libre de olor				
Sabor y Olor en agua	Libre de olor y sabor				

*Grado utilizado en la industria de bebidas carbonatadas

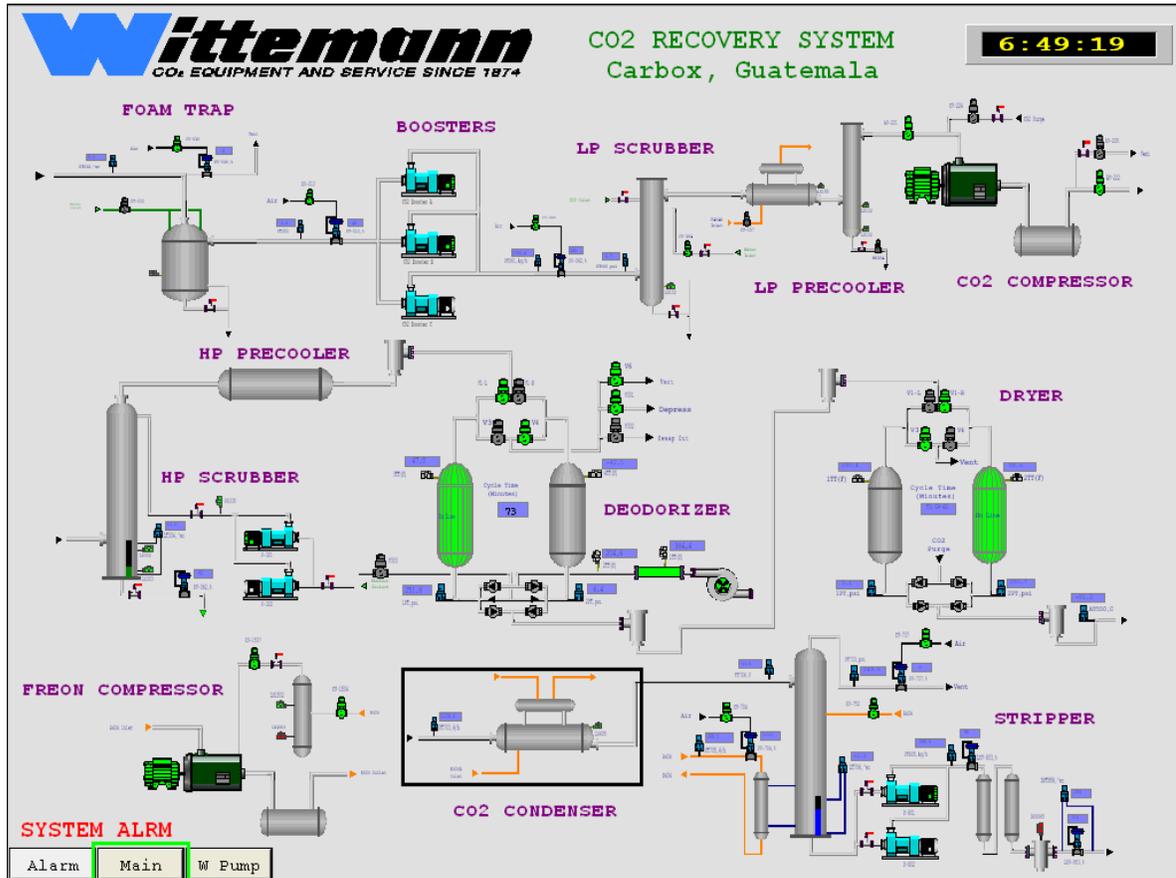
Fuente: (Molina, Sergio 2009).

Tabla III. Directrices de calidad para el CO₂ grado bebidas.

<u>Parameter</u> ¹	<u>Guideline Limit</u>	<u>Rationale</u>
Purity:	99.9 % v/v min.	Process
Moisture (H ₂ O):	20 ppm v/v max.	Process
Oxygen (O ₂):	30 ppm v/v max.	Sensory
Carbon Monoxide (CO):	10 ppm v/v max.	Process + Regulatory
Ammonia (NH ₃):	2.5 ppm v/v max.	Process
Nitrogen Monoxide (NO):	2.5 ppm v/v max.	Regulatory
Nitrogen Dioxide (NO ₂):	2.5 ppm v/v max.	Regulatory
Non-volatile Residue (NVR):	10 ppm w/w max.	Sensory
Non-volatile Organic Residue (NVOR):	5 ppm w/w max.	Sensory
Methanol (MeOH):	10 ppm v/v max.	Process
Total Volatile Hydrocarbons (THC): (as Methane)	50 ppm v/v max. (including 20 ppm v/v max. as total non-methane hydrocarbons [TNMHC])	Sensory
Acetaldehyde (AA):	0.2 ppm v/v max.	Sensory
Aromatic Hydrocarbon (AHC):	20 ppb v/v max.	Regulatory
Total Sulfur Content (TSC as S): (Total sulfur- containing impurities excluding sulfur dioxide) ²	0.1 ppm v/v max.	Sensory
Sulfur Dioxide (SO ₂):	1 ppm v/v max.	Sensory
Odor of Solid CO ₂ (Snow):	No foreign odor	Sensory
Appearance of Solid CO ₂ (Snow):	No foreign appearance	Sensory
Odor & Taste in Water:	No foreign odor or taste	Sensory
Appearance in Water:	No color or turbidity	Sensory

Fuente: ISBT, 2010. p. 4

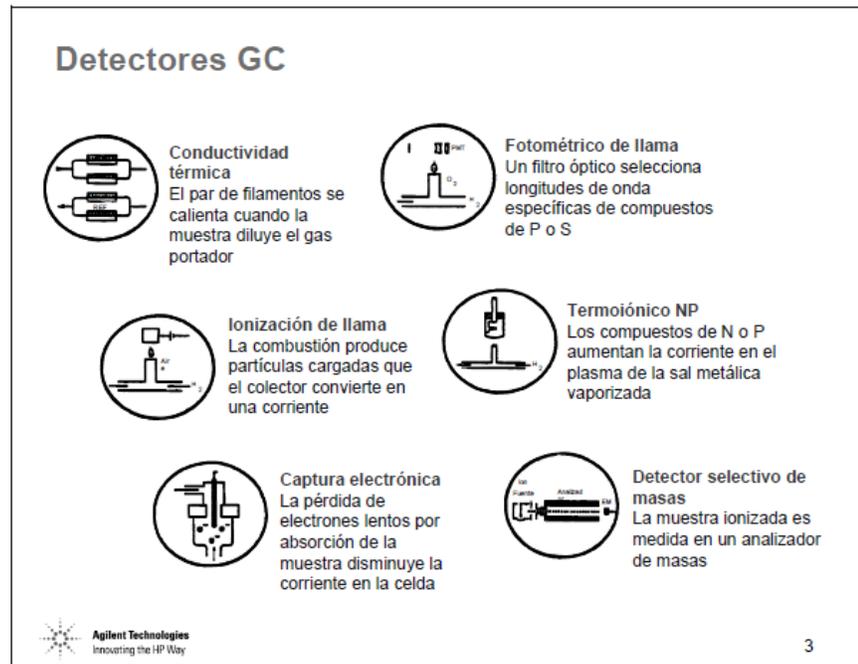
Figura 5. Diagrama de flujo purificación de CO₂



Fuente: Manual SGI de la empresa.

Figura 6. Detectores para cromatografía de gaseosa

Detectores para GC



Fuente: Operation de la ChemStation, p. 3 (Technologies, 2000)

Figura 7. **Modelo 4020 analizador de total de hidrocarburos**



Fuente: (Teledyne, 2016)

Figura 8. **Modelo 4060 analizador de benceno, acetaldehído y metanol**



F
u
e
n
t
e
:

(Teledyne, 2016)

Figura 9. **Modelo 6200 analizador H₂S fluorescencia UV**



Fuente: (Teledyne, 2016)

Figura 10. Sistema de muestras de gas con válvulas AutoCal opcionales

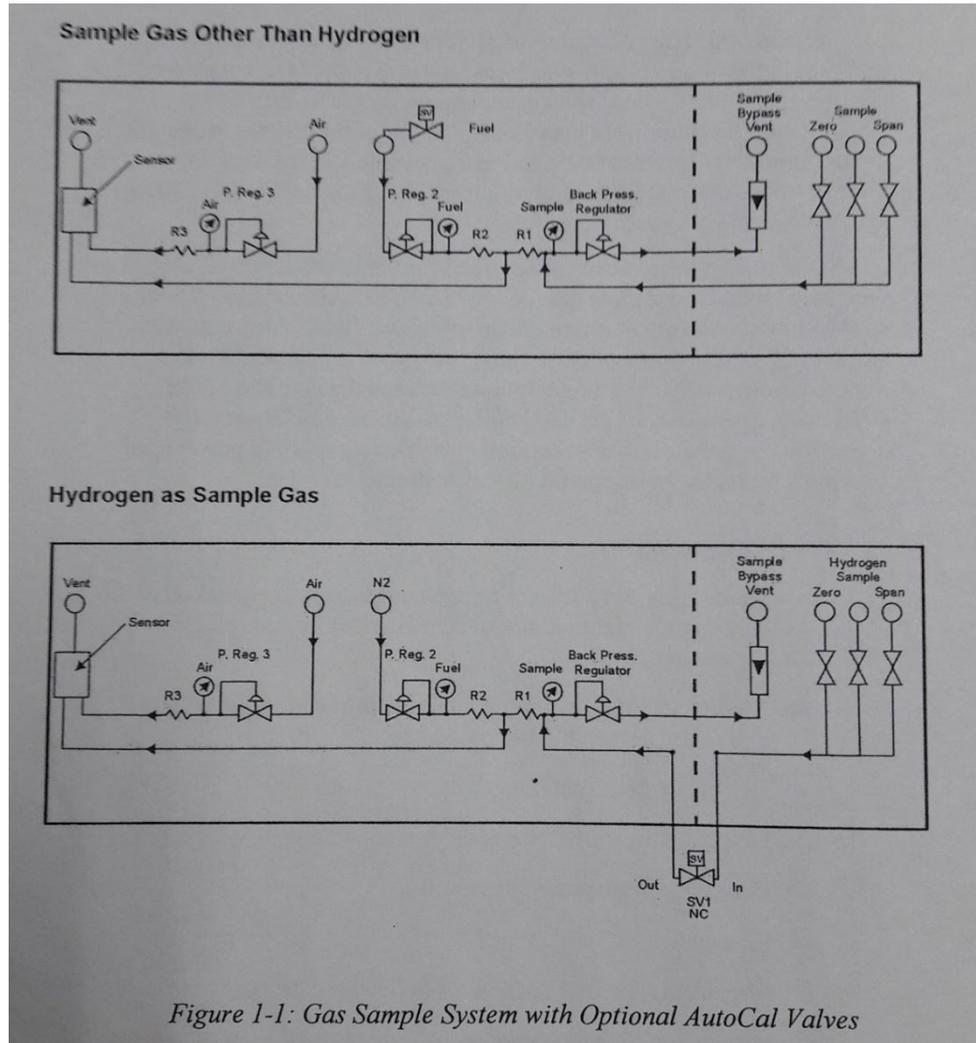
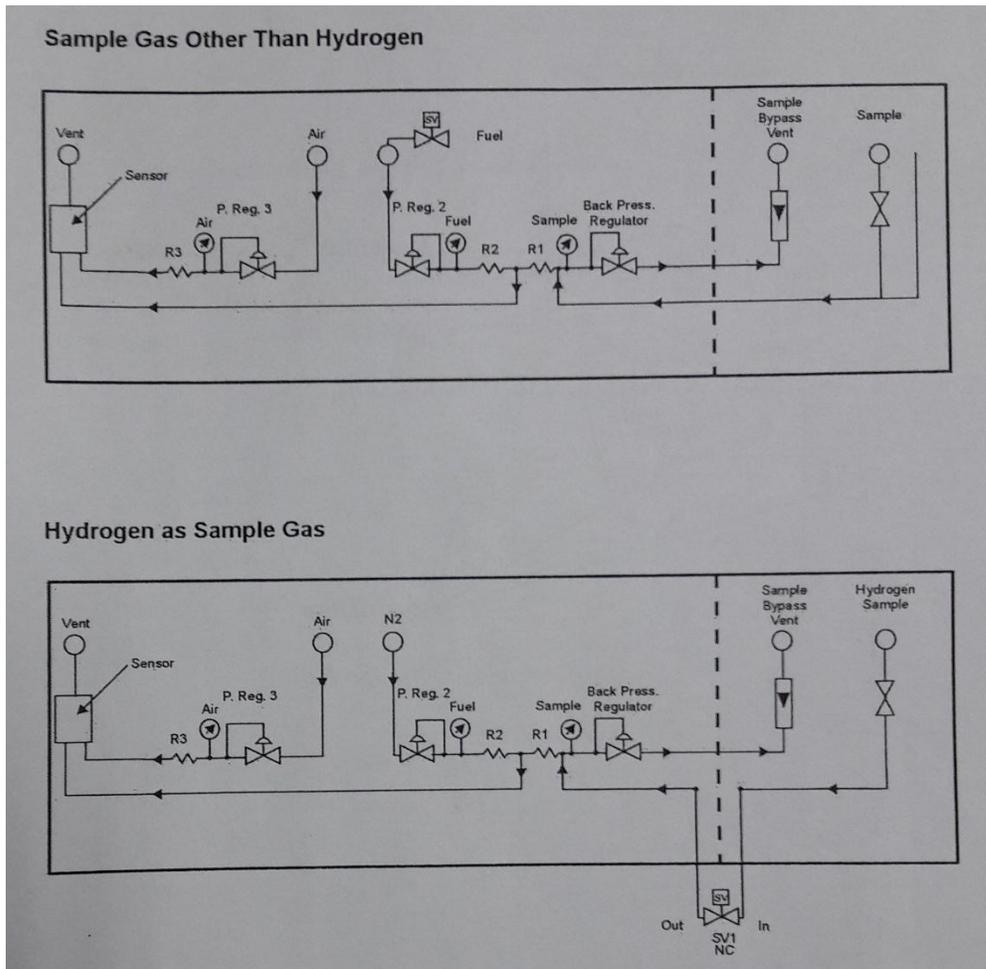


Figure 1-1: Gas Sample System with Optional AutoCal Valves

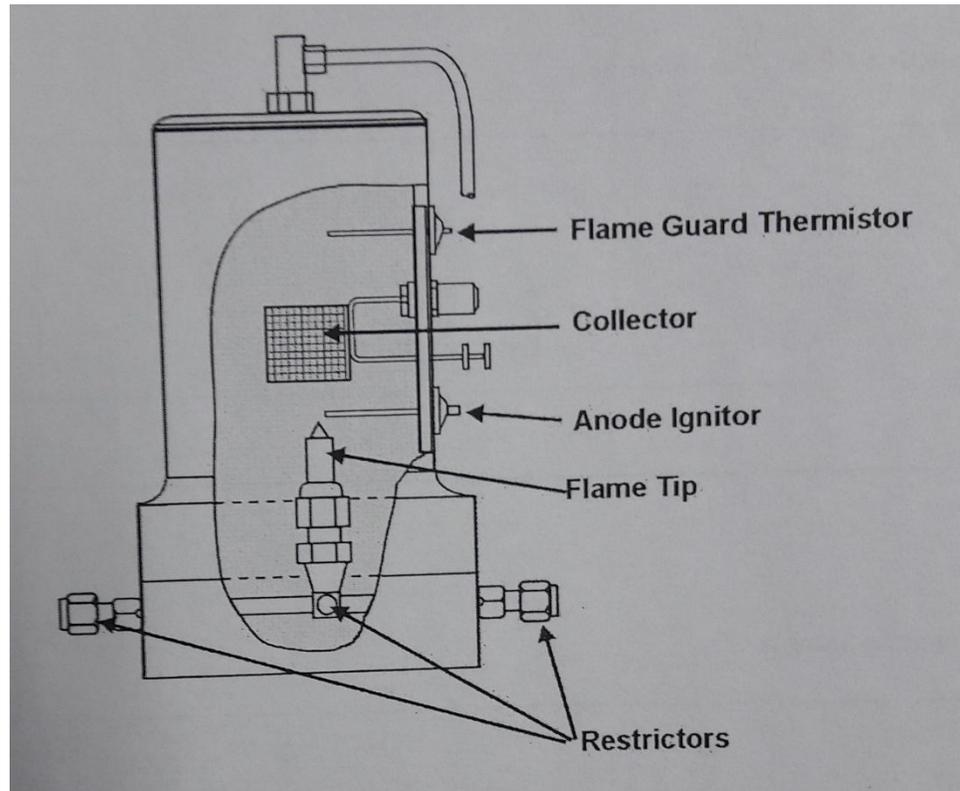
Fuente: (Teledyne, 2016)

Figura 11. Sistema de muestras de gas sin válvulas AutoCal opcionales



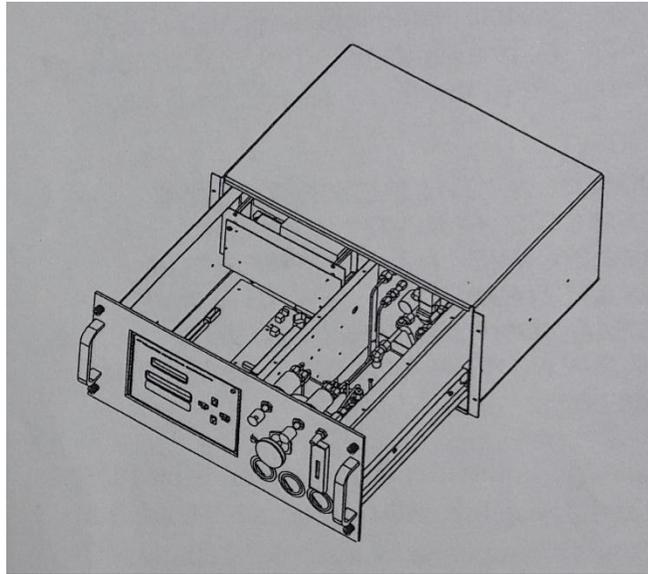
Fuente: (Teledyne, 2016)

Figura 12. **Celda de ionización de llama**



Fuente: (Teledyne, 2016)

Figura 13. **Vista interior del gabinete**



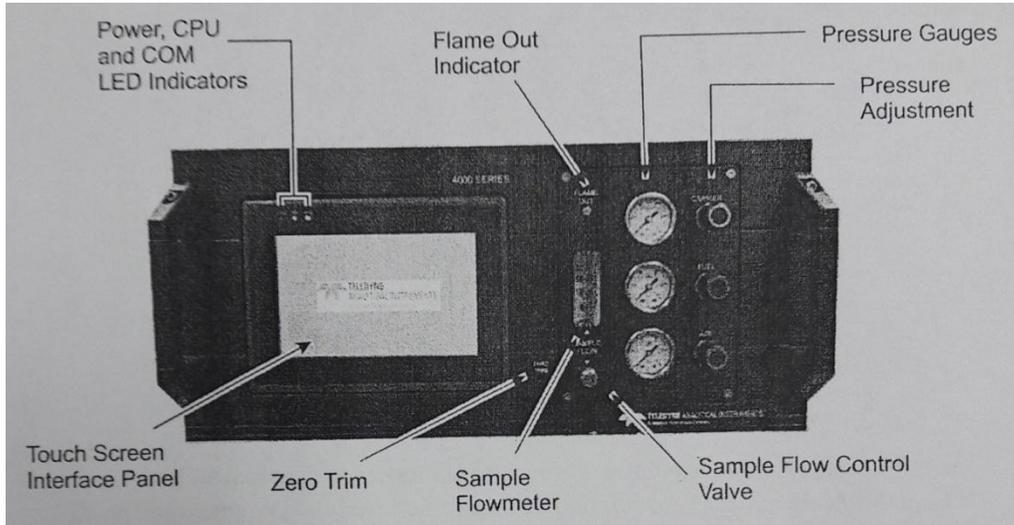
Fuente: (Teledyne, 2016)

Figura 14. **Analizador 4060 benceno, acetaldehído y metanol**



Fuente: (Teledyne, 2016)

Figura 15. Panel frontal de GCP-Pro



Fuente: (Teledyne, 2016)

Tabla IV. **Concentración de gases patrón**

No.	Analizador	Analito	Concentración requerida (ppm)	Concentración certificada (ppm)	Balance
1	4020	Metano	80	78.5	Dióxido de carbono
2	4060	Acetaldehído	2	2	Nitrógeno
3	4060	Benceno	0.09	0.085	Nitrógeno
4	4060	Metanol	5	5	Nitrógeno
5	6200T	Sulfuro de hidrogeno	0.75	0.774	Dióxido de carbono

Fuente: elaboración propia

Figura 20. Certificado de calidad de gas de operación de aire analítico grado cero

No: 18-05	Productos del Aire		RC.R.37
Productos del Aire de Guatemala, S. A.			
CERTIFICADO DE PUREZA ESTANDAR AIRE GRADO CERO			
Productos del Aire de Guatemala, S. A., certifica por este medio que el Aire producido en su planta aquí descrito muestra conformidad y consistencia con las siguientes especificaciones:			
INFORMACION DEL PRODUCTOR			
Nombre de la Unidad de Producción:	Laboratorio y Distribuidora de Gases Médicos e Industriales. Planta Santa Elisa.		
Dirección:	31 calle 25-50 zona 12, Colonia Santa Elisa		
Teléfono:	(502) 2424-4200		
Fax:	(502) 2442 3832		
Razón Social:	Productos del Aire de Guatemala, S. A.		
Representante Legal:	Ing. Martín Ignacio Minondo Ayau		
Dirección administrativa:	41 Calle 6-27 zona 8, 01008. Edificio Fabrigas.		
Teléfono PBX:	(502) 2421 0400		
Fax:	(502) 2440 9666		
Licencia Sanitaria MSPAS:	LS-D596-2011 extendida en fecha 25 de mayo de 2,011		
Patente de Comercio de Empresa:	176589A		
Patente de Comercio de Sociedad:	34077		
Número de Identificación Tributaria:	837297-7		
INFORMACION DEL PRODUCTO			
Código del producto:	12086007		
Nombre químico:	Aire		
Nombre técnico:	Aire comprimido		
Nombre comercial:	Aire grado cero		
Clase DOT:	2.2		
Código UN:	UN1002		
Registro Chemical Abstracts Service:	25635-88-5		
Proceso de Producción:	Aire sintético por mezcla		
Registro Sanitario:	No aplica		
Certificado de Venta Libre:	No aplica		
ESPECIFICACIONES DEL PRODUCTO			
Cilindros No. de Serie:	07137		
No. De Lote:	595-18		
Fecha de Llenado:	13 de Mayo del 2016		
Característica	Resultado de Análisis	Especificación (Grado J)	Método
O ₂ (%)	22.4	19.5 -23.5	Analizador de Transducción Electroquímica
H ₂ O (ppm)	0.40	< 1	Analizador de Celda Electrolítica
THC (ppm)	0.30	< 0.5	Analizador con detector FID (Detector de Ionización de Llama)
INFORMACION DEL ENVASE			
Tipo de Cilindro:	Cilindro de alta presión HP220		
Especificación DOT:	DOT-3AA-2265, DOT -3AL-2015		
Material de fabricación:	Acero o aluminio		
Capacidad:	240, 220, 110, 80, 55, 40, 20 scf		
Presión:	2015 psig a 70 °F (21.1 °C) de temperatura (condiciones estándar)		
Válvula de conexión:	CGA 590		
Color del envase:	blanco		
Operador:	Axel Revolorio		
Guatemala, 13 de Mayo del 2016	 Planta Santa Elisa Productos del Aire de Guatemala, S. A.		
Revisión: 04 20-06-14	Productos del Aire de Guatemala, S. A. 31 Calle 25-50 Colonia Santa Elisa Zona 12, Guatemala, Guatemala Página 1/1		

Fuente: PAGSA, 2016.

Figura 21. Certificado de calidad de gas de operación de hidrógeno UHP

No: 04- 18 RC.R.40



Productos del Aire de Guatemala, S. A.

**CERTIFICADO DE PUREZA
HIDRÓGENO ULTRA ALTA PUREZA**

Productos del Aire de Guatemala, S. A., certifica por este medio que el Hidrógeno gaseoso producido en su planta, muestra conformidad y consistencia con las siguientes especificaciones:

INFORMACION DEL PRODUCTOR

Nombre de la Unidad de Producción: Laboratorio y Distribuidora de Gases Médicos e Industriales, Planta El Jocote.
 Dirección: Kilómetro 74.5 Carretera al Pacífico, Siquinalá, Escuintla. República de Guatemala (502) 79324444
 Teléfono: (502) 79324444
 Razón Social: Productos del Aire de Guatemala, S. A.
 Representante Legal: Ing. Martín Ignacio Minondo Ayau
 Dirección administrativa: 41 Calle 6-27 zona 8, 01008. Edificio Fabrigas.
 Teléfono PBX: (502)-2421-0400
 Licencia Sanitaria MSPAS: L-S-LAB. 1508-2014 extendida en fecha 14 de Noviembre de 2014.
 Patente de Comercio de Empresa: 176599A
 Patente de Comercio de Sociedad: 34077
 Número de Identificación Tributaria: 837297-7

INFORMACION DEL PRODUCTO

Código del producto: 10901002
 Nombre químico: Hidrógeno
 Nombre técnico: Hidrógeno gaseoso comprimido
 Nombre comercial: Hidrógeno Ultra Alta Pureza
 Clase DOT: 2.1, inflamable, comprimido
 Código UN: UN1049
 Registro Chemical Abstracts Service: 1333-74-0
 Proceso de Producción: Electrólisis de agua alcalinizada con posterior purificación, secado, y envasado por presurización.

ESPECIFICACIONES DEL PRODUCTO

% Pureza de Hidrógeno: 99.998

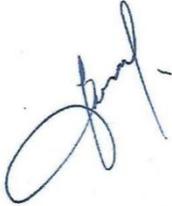
Característica	Resultado de Análisis	Especificación (Grado D)	Equipo/Método
Oxígeno (ppm)	0.0	<5 ppm	Conductividad Térmica con Analizador de Pureza de Oxígeno Teledyne
Punto de Rocío	90	< -68.3 °C	Capacitancia Inductiva

INFORMACION DEL ENVASE

Especificación DOT: Cilindro: DOT-3AA-2265, DOT-3AL-2015, Java: DOT-UN 2748
 Presión: Igual o mayor a 2200 psig a 70 °F (21.1 °C) de temperatura (Condiciones estándar)
 Válvula de conexión: Cilindro CGA-350, Java CGA 1350
 Color del Envase: Cilindros de acero o aluminio color rojo, Javas de acero color blanco

Operador: Wilson García
 Planta: No.1
 Java: No.
 Destino: Santa Eliza
 Envío:
 Factura:
 Cilindro No. 3505744

Guatemala, 14 de Abril del 2016

Planta El Jocote
Productos del Aire de Guatemala, S. A.

Revisión: 02
13-10-2015 Página 1/1

Fuente: PAGSA, 2016.

Figura 22. Certificado de calidad de gas de operación de nitrógeno UHP

No: 51-11			RC.R.34
Productos del Aire de Guatemala, S. A.			
CERTIFICADO DE PUREZA ESTÁNDAR NITRÓGENO ULTRA ALTA PUREZA			
Productos del Aire de Guatemala, S. A., certifica por este medio que el Nitrógeno Ultra Alta Pureza aquí descrito, muestra conformidad y consistencia con las siguientes especificaciones:			
INFORMACION DEL PRODUCTOR			
Nombre de la Unidad de Producción:	Laboratorio y Distribuidora de Gases Médicos e Industriales. Planta Santa Elisa.		
Dirección:	31 calle 25-50 zona 12, Colonia Santa Elisa		
Teléfono:	(502) 2424 4200		
Fax:	(502) 2442 3832		
Razón Social:	Productos del Aire de Guatemala, S. A.		
Representante Legal:	Ing. Martín Ignacio Minondo Ayau		
Dirección administrativa:	41 Calle 6-27 zona 8, 01008. Edificio Fabrigas.		
Teléfono PBX:	(502) 2421 0400		
Fax:	(502) 2440 9666		
Licencia Sanitaria MSPAS:	LS-D596-2011 extendida en fecha 25 de mayo de 2,011		
Patente de Comercio de Empresa:	176589A		
Patente de Comercio de Sociedad:	34077		
Número de Identificación Tributaria:	837297-7		
INFORMACION DEL PRODUCTO			
Código del producto:	32437013		
Nombre químico:	Nitrógeno		
Nombre técnico:	Nitrógeno Ultra Alta Pureza		
Nombre comercial:	Nitrógeno UHP		
Clase DOT:	2.2		
Código UN:	UN1066		
Registro Chemical Abstracts Service:	7440-37-1		
Proceso de Producción:	Licuefacción del aire y fraccionamiento de componentes con reconversión criogénica y posterior gasificación y presurización		
Registro Sanitario:	No aplica		
Certificado de Venta Libre:	No aplica		
ESPECIFICACIONES DEL PRODUCTO			
Cilindros No. de Serie:	8775582		
No. De Lote:	590-51		
Fecha de Llenado:	03 de Noviembre del 2016		
Característica	Resultado de Análisis	Especificación Grado Q	Método
Pureza	99.999%	> 99.999%	Método indirecto por cuantificación de impurezas
O ₂ (ppm)	0.88	< 1	Analizador de Transmisión Electroquímica
H ₂ O (ppm)	1.35	< 2	Analizador de Celda Electrolytica
THC (ppm)	0.30	< 1	Analizador con detector FID (Detector de Ionización de Llama)
INFORMACIÓN DEL ENVASE			
Tipo de Cilindro:	Cilindro de alta presión HP200		
Especificación DOT:	DOT-3AA-2.265, DOT-3AL-2015		
Material de fabricación:	Acero ó Aluminio		
Capacidad:	240, 220, 110, 80, 55, 40, 20 scf respectivamente		
Presión:	2015 psig a 70°F (21.1 °C) de temperatura (Condiciones estándar)		
Válvula de conexión:	CGA - 580		
Color de Envase:	Café, pardo		
Operador:	Axel Revolorio		
Guatemala, 03 de Noviembre de 2016.			
Revisión: 03 20-06-14	 Planta Santa Elisa Productos del Aire de Guatemala, S. A.		 Distribuidora con Fraccionamiento PRODUCTOS DEL AIRE DE GUATEMALA, S.A. 31 Calle 25-50 Colonia Santa Elisa Zona 12 Guatemala, Guatemala Página 1/1

Fuente: PAGSA, 2016.

Figura 23. **Panel de presión y flujo de entrada de dióxido de carbono vaporizado a rack de analizadores 4020, 4060 y 6200T**



Fuente: elaboración propia.

Figura 24. Verificación de parámetros de analizador 4020 total de hidrocarburos y calibración

A



B



C



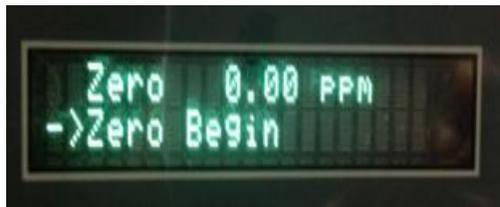
D



E



F



G



H



J



L



K

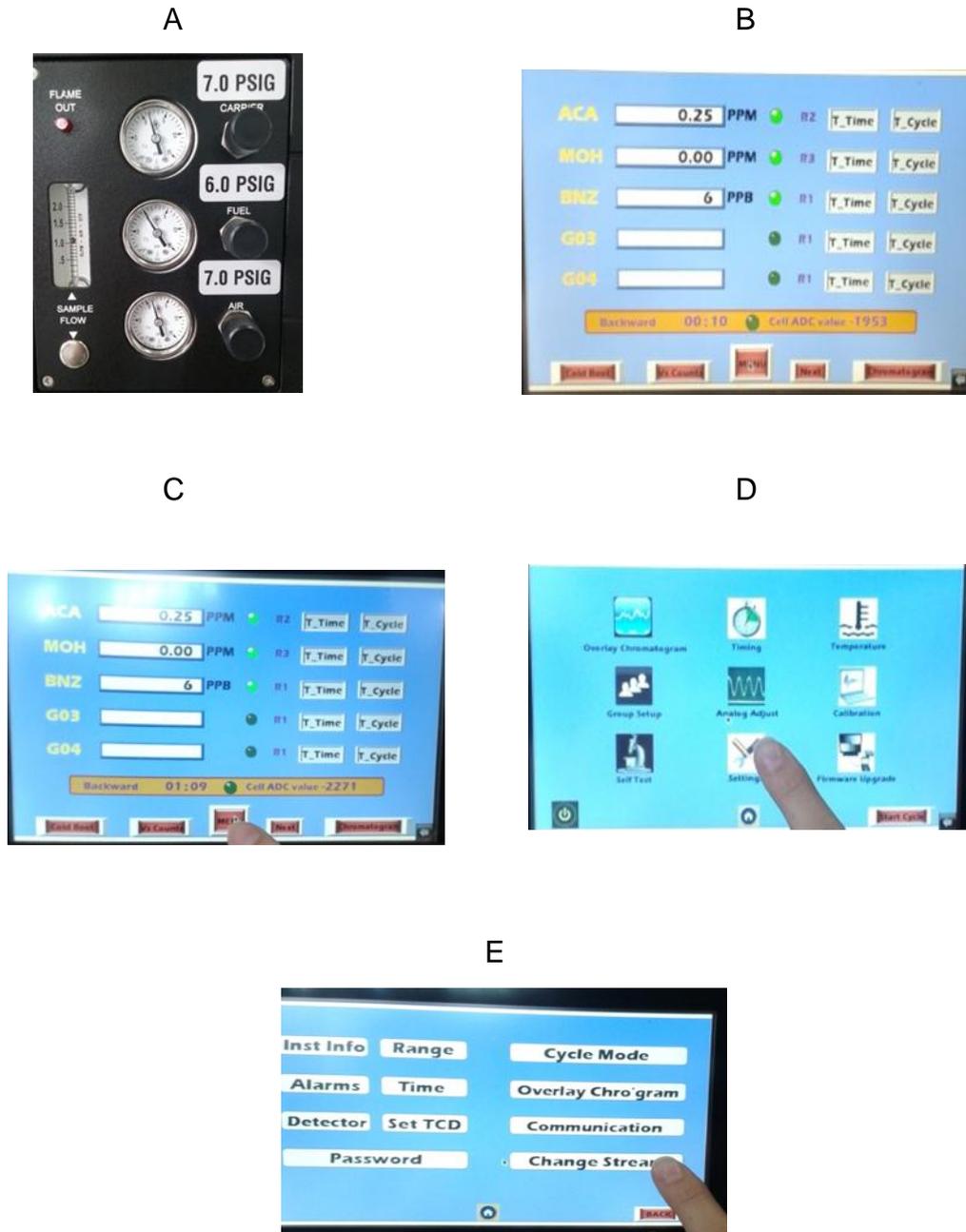


L



Fuente: elaboración propia.

Figura 25. Verificación de parámetros de analizador 4060 (acetaldehídos, benceno y metanol) y calibración



F



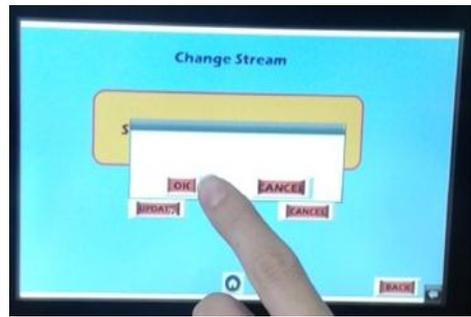
G



H



I



J



K



L



LI

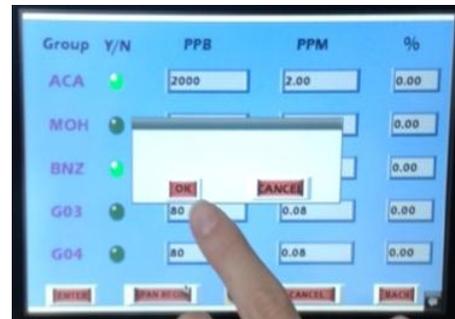
Group	Y/N	PPB	PPM	%
ACA	<input checked="" type="radio"/>	2000	2.00	0.00
MOH	<input type="radio"/>	8540	8.54	0.00
BNZ	<input checked="" type="radio"/>	91	0.09	0.00
G03	<input type="radio"/>	80	0.08	0.00
G04	<input type="radio"/>	80	0.08	0.00

LL

M



N



Ñ

Group	Y/N	PPB	PPM	%
ACA	<input checked="" type="radio"/>	1000	1.00	0.00
MOH	<input type="radio"/>	5800	5.80	0.00
BNZ	<input checked="" type="radio"/>	94	0.09	0.00
G03	<input type="radio"/>	80	0.08	0.00
G04	<input type="radio"/>	80	0.08	0.00

O

Group	Y/N	PPB	PPM	%
ACA	<input checked="" type="radio"/>	1000	1.00	0.00
MOH	<input checked="" type="radio"/>	5800	5.80	0.00
BNZ	<input checked="" type="radio"/>	94	0.09	0.00
G03	<input type="radio"/>	80	0.08	0.00
G04	<input type="radio"/>	80	0.08	0.00

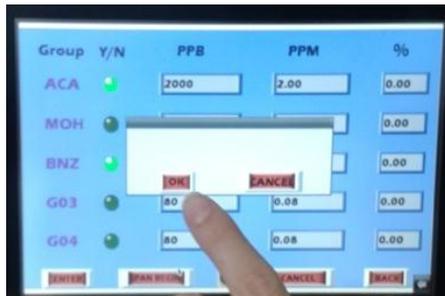
P



Q



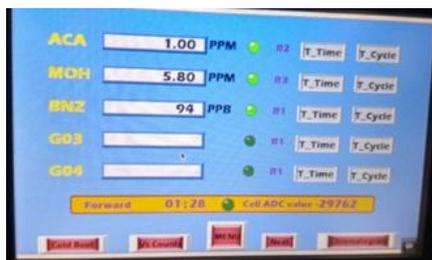
R



S



T



U



V

TIMING STATUS

Item	Active	Phase	Begin Time	End Time	Edit
S00	●	Forward	5 : 40	8 : 20	Edit
S01	●	Forward	9 : 0	12 : 0	Edit
S02	●	Backward	5 : 20	8 : 30	Edit
S03	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit
S04	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit
S05	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit
S06	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit
S07	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit
S08	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit
S09	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit

ENTER CANCEL

W



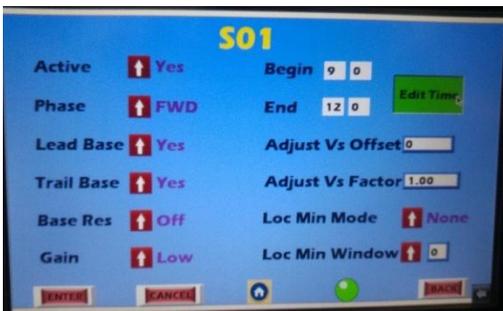
X



Y



Z



AA



AB

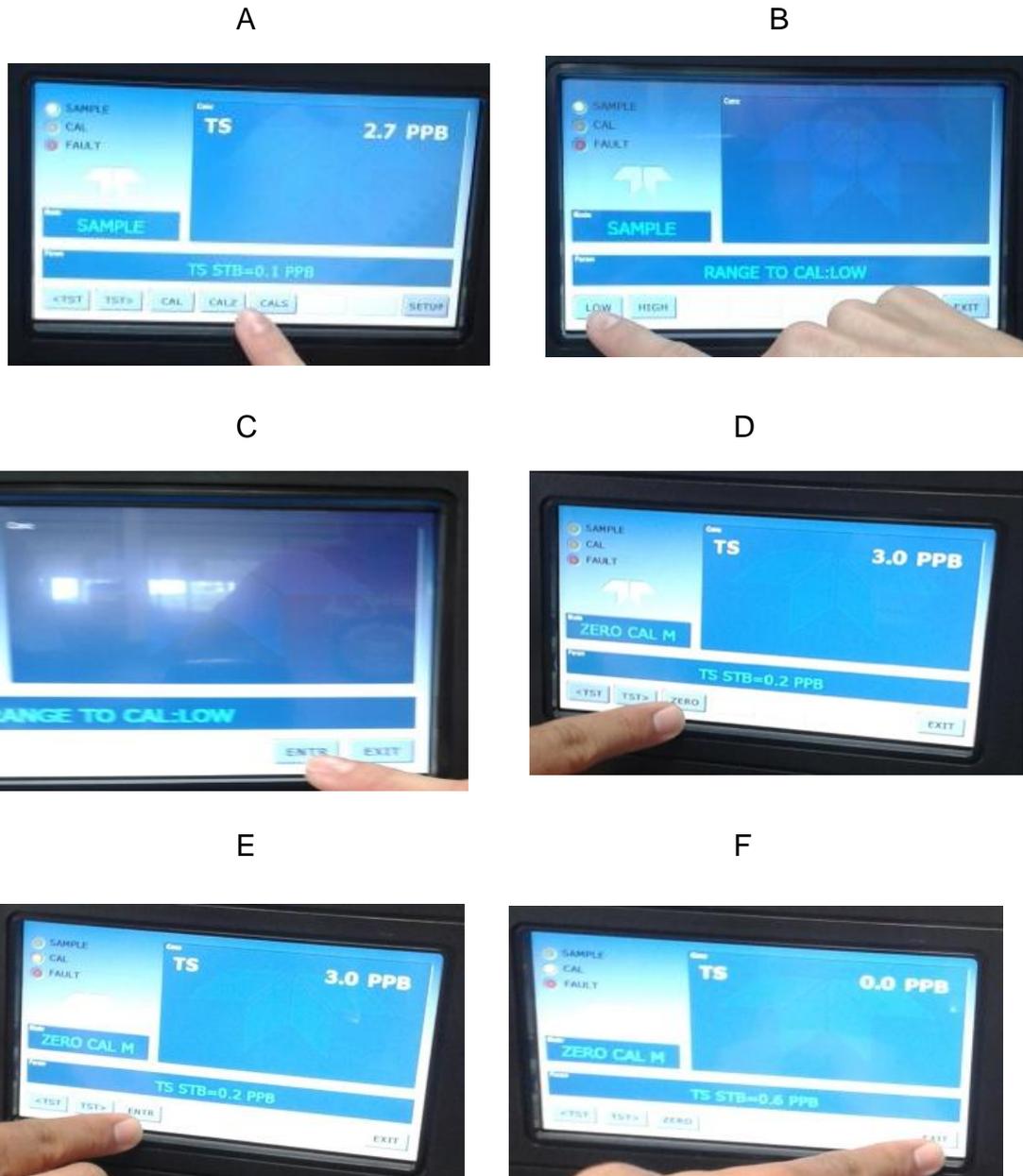


AC



Fuente: elaboración propia.

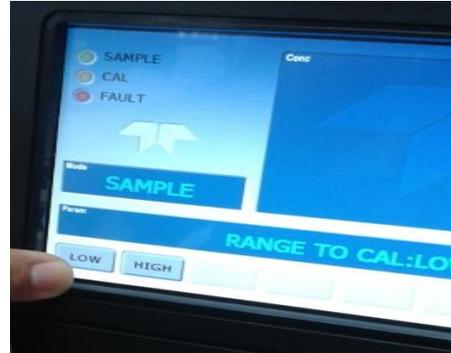
Figura 26. Verificación de parámetros de analizador 6200T (azufre total como sulfuro de hidrógeno) y calibración



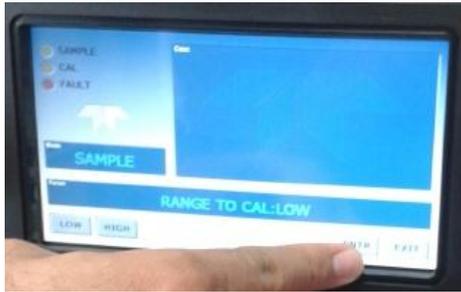
G



H



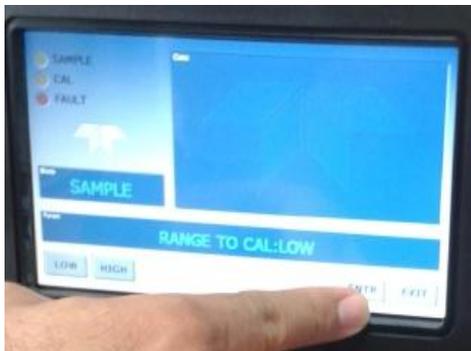
I



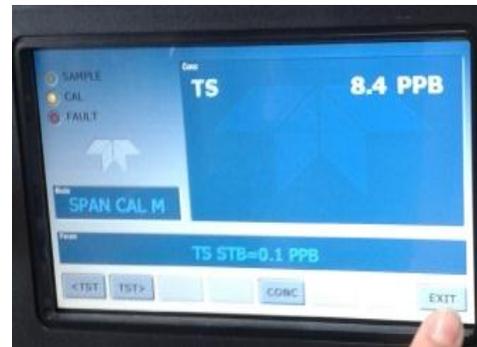
J



K



L

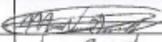
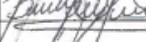


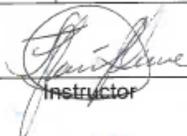
Fuente: elaboración propia.

Figura 27. Lista de asistencia de personal capacitado en operación y calibración de analizadores en línea

	ASISTENCIA CAPACITACION Recursos Humanos	RHR012 Revisión 03 28/09/2015
---	--	-------------------------------------

INSTRUCTOR	Rosa I. Rangel F.
TEMA O CURSO	Operación y Calibración de Analizadores Teledyne
EMPRESA	CARBOX, S.A.
LUGAR	Planta Tuluá
FECHA	10/06/2010
HORARIO	8:00 a 12:00

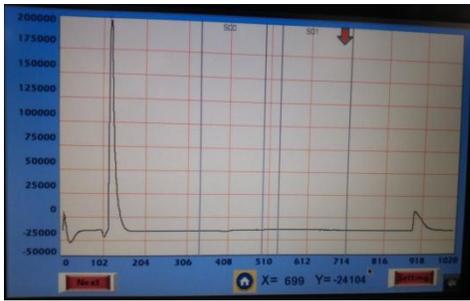
No.	Nombre	Puesto	Firma	Ptos.
1	Marco Vinicio Gonzalez Pichs	Operador		
2	Alan Rolando Cifuentes del V.	operador		
3	Marvin Antonio Machuca de la Rosa	Analista		
4	William Alfredo Santos Lopez	Analista		
5	David A Morales	Mecánico		
6	Juan Francisco Mejia	Analista		
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16				
17				
18				
19				
20				

f. 
Instructor

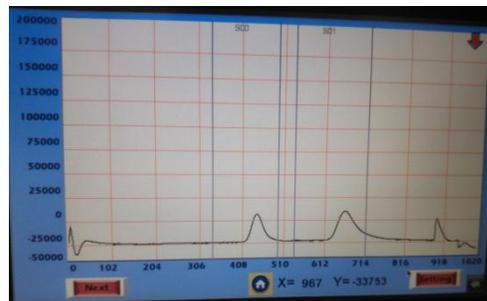
Fuente: elaboración propia

Figura 28. Aplicación de calibración y operación de analizador 4060 (ACA-MeOH-BZN)

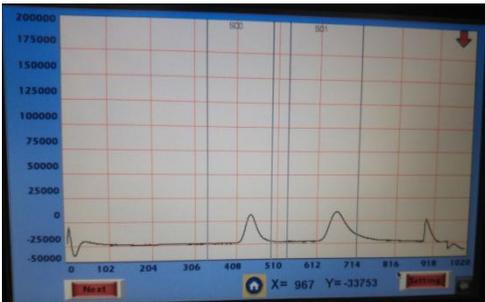
A



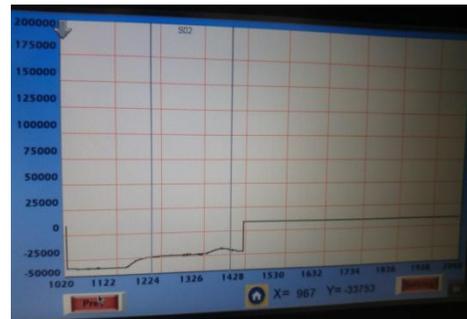
B



C



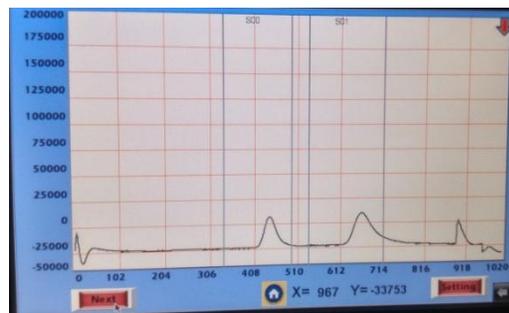
D



E

Sum	Active	Phase	Begin Time	End Time	Edit
S00	●	Forward	5 : 40	8 : 20	Edit
S01	●	Forward	9 : 0	12 : 0	Edit
S02	●	Backward	5 : 20	8 : 30	Edit
S03	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit
S04	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit
S05	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit
S06	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit
S07	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit
S08	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit
S09	●	Forward	0 : 2	0 : 10	Edit

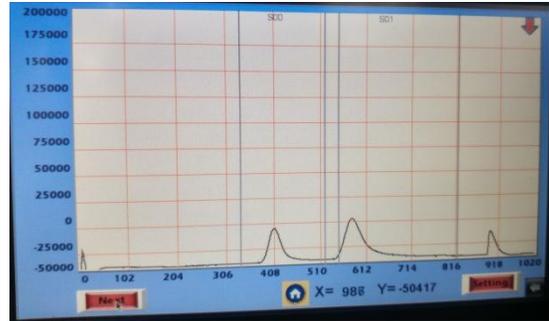
F



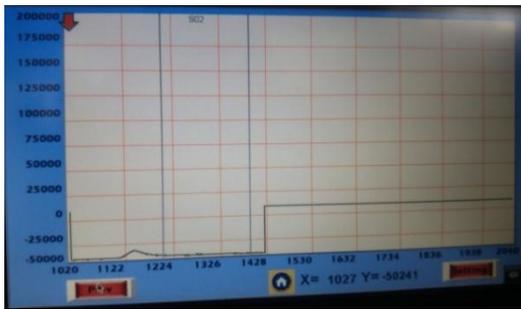
G



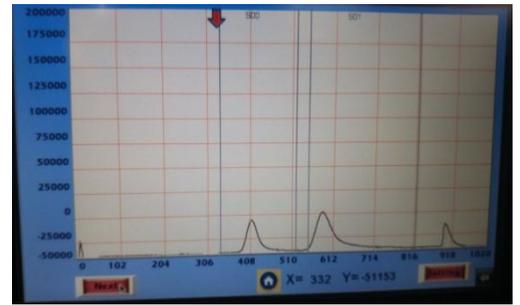
H



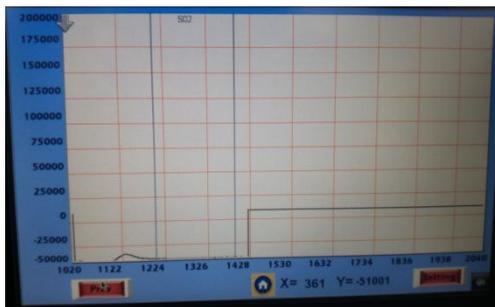
I



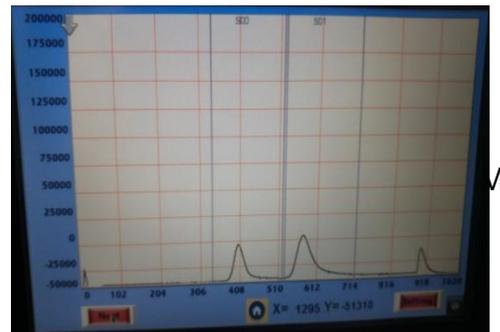
J



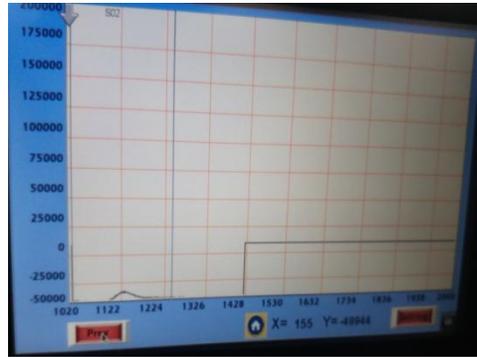
K



L



M



Fuente: elaboración propia.

Tabla V. **Formato: Lista de verificación de revisión de gases de operación, gases patrón y calibración de analizadores en línea**

MXR022
Revisión 01
01/06/2016

REPORTE CALIBRACIÓN ANALIZADORES EN LÍNEA TELEDYNE

Planta:											Fecha:
Calibración	Cumple	No cumple	Concentración	Existencias Gases de Operación Antes/Después Calibración			Existencias Patrones de Calibración Antes/Después Calibración				Responsable
Condiciones generales de entrada de CO2											
Medidor de flujo (10 - 15 psi)	SI	NO									
Desviación de flujo (bypass) (2 L/min)			NA	NA			NA				
Medidor flujo de muestra (3 psi)											
Flujo de muestra (sample flow) (1 L/min)											
Analizador 4020 (Hidrocarburos como metano)	SI	NO	ppm	Aire (psi)	Hidrógeno (psi)	Nitrógeno (psi)	CO2 GR (psi)	Metano (psi)	H2S (psi)	ACA/BZN/MeOH (psi)	
Presión salida de cilindro Aire (40 psi)											
Presión salida de cilindro Hidrógeno (40 psi)											
Entrada al detector, muestra (6 psi)											
Entrada al detector, Aire (10 psi)											
Entrada al detector, Hidrógeno (5 psi)											
Flujo muestra (1.0)											
Presión salida de cilindro CO2 GR (20 psi)											
Presión salida de cilindro Metano (±2) (20 psi)											
Analizador 4060 (Acetaldehído, metanol y benceno)											
Presión salida de cilindro Nitrógeno (80 psi)											
Fujometro entre 1.0 y 1.5											
Entrada al detector, Nitrógeno (7.5 - 9 psi)											
Entrada al detector, Hidrógeno (6 psi)											
Entrada al detector, Aire (7 psi)											
Valvula SPAN abierta											
Presión salida de cilindro ACA/BZN/MeOH (20 psi)											
Concentración SPAN ajustada											
Analizador 6200T (Azufre Total)											
Presión salida de cilindro H2S (20 psi)											
Ajuste gas Zero											
Ajuste Span (±2)											

Verificado por:

Rosa I. Rangel F. de Umaña
Jefa de Control de Calidad

Fuente: Elaboración propia.

Tabla VI. Registro de calibración de analizadores en línea y verificación de gases patrón y de operación agosto

MXR022
Revisión 01
01/06/2016

Fecha: 22/08/16

REPORTE CALIBRACIÓN ANALIZADORES EN LÍNEA TELEDYNE

Planta:

Calibración	Cumple	No cumple	Concentración	Existencias Gases de Operación Antes/Después Calibración				Existencias Patrones de Calibración Antes/Después Calibración				Responsable	
Condiciones generales de entrada de CO2													Brillon Santos
Medidor de flujo (10 - 15 psi)	✓												
Desviación de flujo (bypass) (2 L/min)	✓		NA	NA				NA					
Medidor flujo de muestra (3 psi)	✓												
Flujo de muestra (sample flow) (1 L/min)	✓												
Analizador 4020 (Hidrocarburos como metano)													Brillon Santos
Presión salida de cilindro Aire (40 psi)	✓		ppm	Aire (psi)	Hidrógeno (psi)	Nitrógeno (psi)	CO2 GR (psi)	Metano (psi)	H2S (psi)	ACA/BZN/MeOH (psi)			
Presión salida de cilindro Hidrógeno (40 psi)	✓		78.5	100/100	1700/1700	1500/1500	1000/1000	400/400	500/500	700/675			
Entrada al detector, muestra (6 psi)	✓												
Entrada al detector, Aire (10 psi)	✓												
Entrada al detector, Hidrógeno (5 psi)	✓												
Flujo muestra (1.0)	✓												
Presión salida de cilindro CO2 GR (20 psi)	✓		ppm										
Presión salida de cilindro Metano (±2) (20 psi)	✓		78.5										
Analizador 4060 (Acetaldehído, metanol y benceno)													Brillon Santos
Presión salida de cilindro Nitrógeno (80 psi)	✓												
Flujometro entre 1.0 y 1.5	✓												
Entrada al detector, Nitrógeno (7.5 - 9 psi)	✓												
Entrada al detector, Hidrógeno (6 psi)	✓												
Entrada al detector, Aire (7 psi)	✓												
Valvula SPAN abierta	✓												
Presión salida de cilindro ACA/BZN/MeOH (20 psi)	✓		2/0.015/5							700/675			
Concentración SPAN ajustada	✓												
Analizador 6200T (Azúfre Total)													Brillon Santos
Presión salida de cilindro H2S (20 psi)	✓												
Ajuste gas Zero	✓												
Ajuste Span (±2)	✓		774										

Verificado por:



Rosa L. Rangel F. de Umaña
Jefa de Control de Calidad

Fuente: Elaboración propia.

Tabla VII. Registro de calibración de analizadores en línea y verificación de gases patrón y de operación agosto

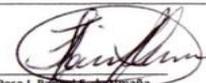
MXR022
Revisión 01
01/06/2016
Fecha: 29/08/16

REPORTE CALIBRACIÓN ANALIZADORES EN LÍNEA TELEDYNE

Manía:

Calibración	Cumple	No cumple	Concentración	Existencias Gases de Operación Antes/Después Calibración			Existencias Patrones de Calibración Antes/Después Calibración				Responsable	
				Aire (psi)	Hidrógeno (psi)	Nitrógeno (psi)	CO2 GR (psi)	Metano (psi)	H2S (psi)	ACA/BZN/MeOH (psi)		
Condiciones generales de entrada de CO2												
Medidor de flujo (10 - 15 psi)	✓											Fco. Mejía
Desviación de flujo (bypass) (2 L/min)	✓		NA		NA							
Medidor flujo de muestra (3 psi)	✓											
Flujo de muestra (sample flow) (1 L/min)	✓											
Analizador 4020 (Hidrocarburos como metano)												
Presión salida de cilindro Aire (40 psi)	✓			900/900	1700/1675	1500/1425						Fco. Mejía
Presión salida de cilindro Hidrógeno (40 psi)	✓											
Entrada al detector, muestra (6 psi)	✓											
Entrada al detector, Aire (10 psi)	✓											
Entrada al detector, Hidrógeno (5 psi)	✓											
Flujo muestra (1.0)	✓											
Presión salida de cilindro CO2 GR (20 psi)	✓		20/9996				1000/1000					
Presión salida de cilindro Metano (±2) (20 psi)	✓		78.5					400/400				
Analizador 4040 (Acetaldehído, metanol y benceno)												
Presión salida de cilindro Nitrógeno (80 psi)	✓											Fco. Mejía
Flujómetro entre 1.0 y 1.5	✓											
Entrada al detector, Nitrógeno (7.5 - 9 psi)	✓											
Entrada al detector, Hidrógeno (6 psi)	✓											
Entrada al detector, Aire (7 psi)	✓											
Valvula SPAN abierta	✓											
Presión salida de cilindro ACA/BZN/MeOH (20 psi)	✓		2/0.085/5								675/675	
Concentración SPAN ajustada	✓											
Analizador 4200T (Azufre Total)												
Presión salida de cilindro H2S (20 psi)	✓											Fco. Mejía
Ajuste gas Zero	✓											
Ajuste Span (±2)	✓		774							500/500		

Verificado por:


 Rosa I. Rodríguez
 Jefa de control de Calidad

Fuente: Elaboración propia.

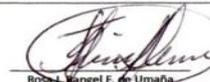
Tabla VIII. Registro de calibración de analizadores en línea y verificación de gases patrón y de operación septiembre

MXR022
Revisión: 01
01/06/2014
Fecha: 05/09/16

REPORTE CALIBRACIÓN ANALIZADORES EN LÍNEA TELEDYNE

Planta:	Calibración	Cumple	No cumple	Concentración	Existencias Gases de Operación Antes/Después Calibración			Existencias Patrones de Calibración Antes/Después Calibración				Responsable	
	Condiciones generales de entrada de CO2	SI	NO										
	Medidor de flujo (10 - 15 psi)	✓											Brillan Santos
	Desviación de flujo (bypass) (2 L/min)	✓		NA	NA			NA					
	Medidor flujo de muestra (3 psi)	✓											
	Flujo de muestra (sample flow) (1 L/min)	✓											
	Analizador 4020 (Hidrocarburos como metano)	SI	NO	ppm	Aire (psi)	Hidrógeno (psi)	Nitrógeno (psi)	CO2 GR (psi)	Metano (psi)	H2S (psi)	ACA/BZN/MeOH (psi)		Brillan Santos
	Presión salida de cilindro Aire (40 psi)	✓			1000/1000	1500/1500	1300/1300						
	Presión salida de cilindro Hidrógeno (40 psi)	✓											
	Entrada al detector, muestra (6 psi)	✓											
	Entrada al detector, Aire (10 psi)	✓											
	Entrada al detector, Hidrógeno (5 psi)	✓											
	Flujo muestra (1.0)	✓											
	Presión salida de cilindro CO2 GR (20 psi)	✓		99.999%				975/975					
	Presión salida de cilindro Metano (±2) (20 psi)	✓		78.5					400/400				
	Analizador 4060 (Acetaldehído, metanol y benceno)												Brillan Santos
	Presión salida de cilindro Nitrógeno (80 psi)	✓											
	Flujómetro entre 1.0 y 1.5	✓											
	Entrada al detector, Nitrógeno (7.5 - 9 psi)	✓											
	Entrada al detector, Hidrógeno (6 psi)	✓											
	Entrada al detector, Aire (7 psi)	✓											
	Valvula SPAN abierta	✓											
	Presión salida de cilindro ACA/BZN/MeOH (20 psi)	✓		2/10.085/5									
	Concentración SPAN ajustada	✓									650/650		
	Analizador 4200T (Azufre Total)												Brillan Santos
	Presión salida de cilindro H2S (20 psi)	✓											
	Ajuste gas Zero	✓											
	Ajuste Span (±2)	✓		774						475/475			

Verificado por:


 Rosa L. Vergel F. de Umaña
 Jefa de Control de Calidad

Fuente: Elaboración propia.

Tabla IX. Registro de calibración de analizadores en línea y verificación de gases patrón y de operación septiembre

MXR022
Revisión 01
01/06/2016

Fecha: 12/09/16

REPORTE CALIBRACIÓN ANALIZADORES EN LÍNEA TELEDYNE

Planta:	Calibración	Cumple	No cumple	Concentración	Existencias Gases de Operación Antes/Después Calibración			Existencias Patrones de Calibración Antes/Después Calibración				Responsable	
	Condiciones generales de entrada de CO2	SI	NO										
	Medidor de flujo (10 - 15 psi)	✓	✓										Fco. Mejía
	Desviación de flujo (bypass) (2 L/min)	✓	✓	NA	NA			NA					
	Medidor flujo de muestra (3 psi)	✓	✓										
	Flujo de muestra (sample flow) (1 L/min)	✓	✓										
	Analizador 4020 (Hidrocarburos como metano)	SI	NO	ppm	Aire (psi)	Hidrógeno (psi)	Nitrógeno (psi)	CO2 GR (psi)	Metano (psi)	H2S (psi)	ACA/BZN/MeOH (psi)		Fco. Mejía
	Presión salida de cilindro Aire (40 psi)	✓	✓		500/500	1400/1400	1150/1150						
	Presión salida de cilindro Hidrógeno (40 psi)	✓	✓										
	Entrada al detector, muestra (6 psi)	✓	✓										
	Entrada al detector, Aire (10 psi)	✓	✓										
	Entrada al detector, Hidrógeno (5 psi)	✓	✓										
	Flujo muestra (1.0)	✓	✓										
	Presión salida de cilindro CO2 GR (20 psi)	✓	✓	69.99%				975/975					
	Presión salida de cilindro Metano (±2) (20 psi)	✓	✓	78.5					375/375				
	Analizador 4060 (Acetaldehído, metanol y benceno)												Fco. Mejía
	Presión salida de cilindro Nitrógeno (80 psi)	✓	✓										
	Flujometro entre 1.0 y 1.5	✓	✓										
	Entrada al detector, Nitrógeno (7.5 - 9 psi)	✓	✓										
	Entrada al detector, Hidrógeno (6 psi)	✓	✓										
	Entrada al detector, Aire (7 psi)	✓	✓										
	Valvula SPAN abierta	✓	✓										
	Presión salida de cilindro ACA/BZN/MeOH (20 psi)	✓	✓	2/0.085/5							650/650		
	Concentración SPAN ajustada	✓	✓										
	Analizador 6200T (Azufre Total)												Fco. Mejía
	Presión salida de cilindro H2S (20 psi)	✓	✓										
	Ajuste gas Zero	✓	✓										
	Ajuste Span (±2)	✓	✓	774						475/475			

Verificado por:


Roberto Rangel F. de Umaña
Jefe de Control de Calidad

Fuente: Elaboración propia.

Anexo 2

INSTRUCTIVO VERIFICACIÓN DE CONDICIONES DE OPERACIÓN Y CALIBRACIÓN DE ANALIZADORES 4020, 4060 Y 6200T

- Encender el *switch* (ON).
- Si es por primera vez o por planta parada por varios días esperar un tiempo de 4 horas para calentamiento del equipo en general. Si es por pocas horas esperar al menos dos horas.
- Poner en línea dióxido de carbono líquido a analizadores a 15 psig.
- Cuando la planta se enciende, encender el *by pass* primero para eliminar contaminación.

Nota: Si la planta estará parada por 1 hora o menos tiempo no debe cerrarse entrada de hidrógeno (*Fuel*), nitrógeno (*Carrier*) y aire (*Air*), si la planta estará parada por días si deben cerrarse. El nitrógeno (*Carrier*) puede cerrarse, si no hay muestra.

El medidor de flujo debe estar entre 10 y 15 psi., el *By pass flow* debe estar en 2 L/min.; el medidor de flujo de muestra debe estar en 3 psi. Y el *Sample flow* debe estar en 1 L/min y según figura siguiente:



SECCIÓN 1. ANALIZADOR 4020 (Analizador de hidrocarburos totales equivalentes a metano)

1. Condiciones de operación:

- **Gas combustible (FUEL):** H₂ al 99.999 %, la presión de salida del cilindro debe ser 40 - 50 psi.
- **Gas comburente:** Aire grado cero, la presión de salida del cilindro debe ser 40 – 50 psi.

En el panel frontal las presiones de gases de operación y flujo de muestra deben ser:

- El aire (*AIR*) a la entrada del analizador debe ser 10 psi.
- El combustible (*FUEL*) a la entrada del analizador debe ser de 5 psi.
- La muestra (*SAMPLE*) que es el CO₂ líquido proveniente del proceso, debe tener una presión de 6 psi a la entrada del analizador.



- ### 2. Verificar y/o ajustar el flujo de la muestra mediante el *Sample Bypass*; la lectura debe ser 1.0.

SECCIÓN 2. ANALIZADOR 4060 (Analizador de benceno, acetaldehído y metanol)

1. Condiciones de operación:
 - **Gas combustible (FUEL):** H₂ al 99.999 %, la presión de salida del cilindro debe ser 40 - 50 psi.
 - **Gas comburente:** Aire grado cero, la presión de salida del cilindro debe ser 40 - 50 psi.
 - **Gas acarreador:** N₂ al 99.999 %. La presión de salida del cilindro debe ser de 80 psi.
2. En el panel frontal las presiones de gases de operación y flujo de muestra deben ser:
 - Que el flujómetro marque entre 1.0 - 1.5
 - Revisar las presiones de entrada al detector:
 - Para el gas acarreador, debe estar a 7.5 - 9 psi
 - Para el gas combustible, debe estar a 6 psi
 - Para el aire, debe estar a 7 psi



SECCIÓN 3. ANALIZADOR 6200T (Analizador de azufre total)

Este analizador en su panel frontal no tiene reguladores de presión ni medidores de flujo, trabaja bajo las mismas condiciones fijadas de los analizadores 4020 y 4060.

Debe estar siempre en modo "SAMPLE".

CALIBRACIÓN DE ANALIZADOR 4020 (Analizador de hidrocarburos totales equivalentes a metano)

Nota 1: Debe ventearse el Gas patrón (*SPAN*) y aire de 10 a 20 minutos antes de calibrar.

Gases utilizados en éste analizador:

- **Gas patrón (*SPAN*):** Metano en CO₂, con una concentración de 70-80 ppm. La presión de salida del cilindro debe ser 30 psi.
- **Gas *Zero*:** CO₂ grado UHP 99.999 %, la presión de salida del cilindro debe ser 30 psi.

Para el detector FID:

- **Gas combustible (*FUEL*):** H₂ al 99.999 %, la presión de salida del cilindro debe ser 30 psi.
- **Gas comburente:** Aire grado cero, la presión de salida del cilindro debe ser 30 psi.

Información que debe tenerse a mano cuando se realice la calibración:

Tener a la vista el certificado del cilindro patrón (*SPAN*) para verificar la concentración.

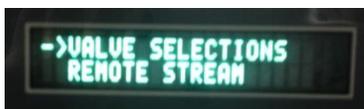
No olvidar abrir la válvula del *span* previo hacer la calibración.

Calibración:

1. Para dar inicio a la calibración se deben verificar las siguientes presiones:
 - El aire (*AIR*) a la entrada del analizador debe ser 10 psi.
 - El combustible (*FUEL*) a la entrada del analizador debe ser de 5 psi.
 - La muestra (*SAMPLE*) que es el CO₂ líquido proveniente del proceso, debe tener una presión de 6 psi a la entrada del analizador.



2. Verificar y/o ajustar el flujo de la muestra mediante el Sample Bypass; la lectura debe ser 1.0.
3. Ajustar el gas *ZERO* de la siguiente forma:
 - Seleccionar *Valve Selections*



- *ENTER*
- *V SETUP*
- *ENTER*
- Con la flecha cambiar a *USER SELECT*



- *ENTER*
- Bajar con la flecha a *VALVE* y dar *ENTER* nuevamente
- Elegir *Always Zero V*



- *ENTER*
- *ESCAPE*
- Con las flechas buscar *Zero*

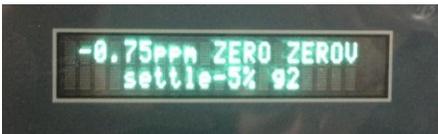


- *ENTER*
- Con las flechas buscar *Zero Begin*



- *ENTER*
- Dar *ENTER* nuevamente (en esta opción es equivalente a *YES*)
- Esperar a que los números de la pantalla se estabilicen en un rango de entre -2 a 2

Nota 1: Mientras se espera a que estabilice el rango, en la pantalla aparecerá *Delay* y números variando, luego *Settle* y un porcentaje variando.



Nota 2: Una manera práctica de darse cuenta cuando la calibración está lista es que en la pantalla de letras verdes aparece el rango de la siguiente forma: R2: 0-100 ppm

- Ajustar del *SPAN* de la siguiente forma:
- Seleccionar *VALVE SELECTIONS*
- *ENTER*
- *V SETUP*
- *ENTER*
- Con la flecha cambiar a *USER SELECT*
- *ENTER*
- Bajar con la flecha a *VALVE* y dar *ENTER* nuevamente
- Elegir *Always SPANV*



- *ENTER*
- *ESCAPE*
- Con las flechas buscar *SPAN*



- *ENTER*
- Con las flechas bajar a la concentración
- *ENTER*

- La concentración ya puede modificarse usando las flechas; debe ajustarse el valor al indicado en el certificado o en el cilindro.



- *ENTER*
- Buscar con las flechas a *SPAN begin*



- *ENTER*
- Dar *ENTER* nuevamente (en esta opción es equivalente a *YES*)
- Esperar a que los números de la pantalla se estabilicen en la concentración del patrón; el último dígito puede ser diferente a la del patrón.

Nota 1: Mientras se espera a que establezca el rango, en la pantalla aparecerá *DELAY* y números variando, luego *SETTLE* y un porcentaje variando.



Nota 2: Una manera práctica de darse cuenta cuando la calibración está lista es que en la pantalla de letras verdes aparece el rango de la siguiente forma: R2: 0-100 ppm

4. Una vez que se calibran *ZERO* y *SPAN* se debe ingresar con las flechas en *VALVE SELECTION*
 - *ENTER*
 - *V SETUP*

- *ENTER*
 - Buscar *DEFAULT* con las flechas
 - *ENTER*
5. Después de todo el proceso para volver a la pantalla inicial dar *ESCAPE*.
 6. Cerrar la válvula del gas *SPAN* y gas *ZERO*.
 7. Anotar la calibración realizada en el registro Reporte de calibración analizadores en línea.

CALIBRACIÓN ANALIZADOR 4060 (Analizador de benceno, acetaldehído y metanol)

Gases utilizados en éste analizador:

- **Gas patrón (SPAN):** 1 a 3 ppm de acetaldehído, 80 a 90 ppb de benceno, 5 a 6 ppm metanol en N₂. La presión de salida del cilindro debe ser 30 psi.
- **Gas acarreador:** N₂ al 99.999 %. La presión de salida del cilindro debe ser de 80 psi.

Para el detector FID:

- **Gas combustible (FUEL):** H₂ al 99.999 %, la presión de salida del cilindro debe ser 30 psi.
- **Gas comburente:** Aire grado cero, la presión de salida del cilindro debe ser 30 psi.

Información que debe tenerse a mano cuando se realice la calibración:

Tener a la vista el certificado del cilindro patrón (*SPAN*) para verificar la concentración.

Nota: este analizador no es sensible al flujo pero si a la presión.

No olvidar abrir la válvula del *span* previo hacer la calibración.

Calibración:

1. Para dar inicio a la calibración se debe verificar lo siguiente:

- Que el flujómetro marque entre 1.0 y 1.5
- Revisar las presiones de entrada al detector:
 - Para el gas acarreador, debe estar a 7 psi
 - Para el gas combustible, debe estar a 6 psi
 - Para el aire, debe estar a 7 psi



2. Ir a la pantalla principal



3. MENÚ

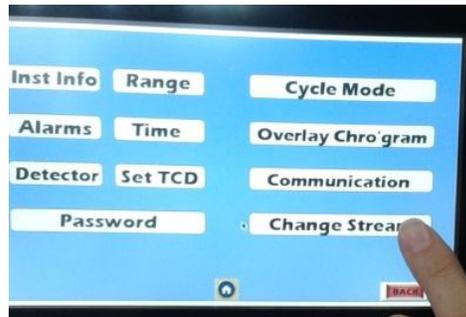


4. Para abrir la válvula SPAN:

5. SETTINGS



6. CHANGE STREAM



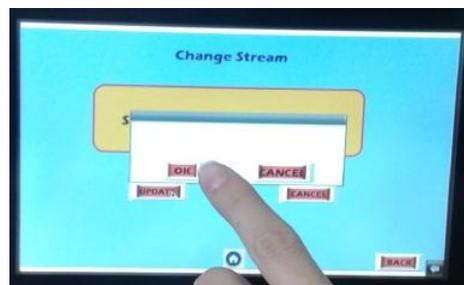
7. SELECT VALVE (presionar la flecha hasta encontrar SPAN)



8. *UPDATED*



9. Presionar *OK*



10. Para ajustar la concentración del *SPAN*:

11. *CALIBRATION*



12. SPAN



13. Escoger en el grupo de 0 a 4 los parámetros que se van a calibrar.



14. Ajustar la concentración del SPAN (no olvide guardar los cambios que haga en la concentración).



15. *ENTER*



16. *OK*



17. *SPAN BEGIN*



18. OK



19. Cerrar la válvula del gas *SPAN*.

20. Anotar la calibración realizada en el registro Reporte de calibración analizadores en línea.

Notas importantes:

- **OVERLAY:** es importante para verificar que el equipo está estable. Su función es mostrar gráficamente las últimas cinco corridas de muestra que han pasado por el equipo. Cada vez que se presiona la tecla **OVERLAY** se grafica una nueva corrida. Se tienen tres cuadrantes en la gráfica:
 - S00 corresponde al pico del acetaldehído.
 - S01 corresponde al pico del metanol (no se mide por la fuente).
 - S02 corresponde al pico del benceno.
- **Temperatura:** el equipo ya tiene fijada las temperaturas. Éstas no deben cambiarse, porque el equipo es sensible. Si la temperatura es más alta de la fijada el gráfico se mueve hacia adelante y si la temperatura es más baja el gráfico se mueve hacia atrás.
- Si se presenta mucho ruido en el cromatograma, se debe dejar el gas acarreador (N_2) corriendo hasta lograr que desaparezca. Para verificar éste punto se debe volver al gráfico presionando **OVERLAY**.

CALIBRACIÓN DE ANALIZADOR 6200T (Analizador de azufre total)

Gases utilizados en éste analizador:

- **Gas patrón (SPAN):** H₂S, con una concentración de 800 ppb. La presión de salida del cilindro debe ser 10 psi.
- **Gas Zero:** Aire que se encuentra en la cámara trasera del analizador, que es tomado de la atmósfera.

Información que debe tenerse a mano cuando se realice la calibración:

Tener a la vista el certificado del cilindro patrón (SPAN) para verificar la concentración.

No olvidar que la válvula del gas que se va a calibrar, debe estar abierta.

Calibración:

Para calibrar gas ZERO:

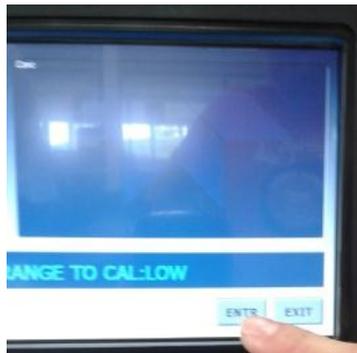
1. CALZ



2. *LOW*



3. *ENTER*



4. Esperar a que estabilice (*STB* debe ser igual o cercano a cero)



5. ZERO



6. ENTER



7. EXIT



Para calibrar gas SPAN

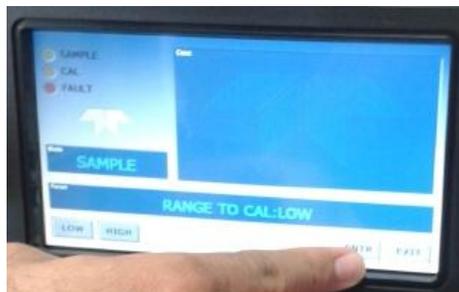
1. *CALS*



2. *LOW*



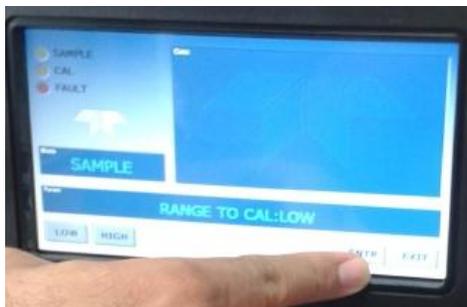
3. *ENTER*



4. Esperar a que estabilice (*STB* debe ser igual o cercano a cero)



5. *ENTER*



6. *EXIT*



Cerrar la válvula del gas *SPAN*.

Anotar la calibración realizada en el formato de registro indicado.

NOTAS IMPORTANTES:

Si fuera necesario cambiar la concentración del *SPAN*, puede hacerse pulsando la tecla *CONC* y utilizando las teclas que se despliegan en esa pantalla.



Anexo 3

Guatemala Carbox Service Trip Report Rev 0

By: Angel Alegria

Date: 11/18/2015

=====

This service trip was performed from November 10 to November 14 2015. There were two Carbox sites visited in Guatemala: Tulula and Magdalena

Both sites have identical instruments from Teledyne:

Models 6200T and companion 540: Total Sulfur (TS) Analyzer,
GC Pro: Chromatographic analyzer for Acetaldehyde (ACA), Methanol (MOH), and Benzene (BNZ),
4020 analyzers: Total Hydrocarbon Analyzer (THC)

Report is broken down by site, and then by analyzer. Recommendations are at the end.

Tulula Carbox Site (Nov. 10 to Nov. 12), p/n Q7550 SN 313992

Summary: GC Pro and 4020 analyzer were successfully calibrated. The Model 6200T developed a failure and must be returned to factory. See detail comments for each analyzer on the table below.

Model	Serial Number	Calibration Gas	Comments
540 (TS converter)	168	N/A	Converter is running OK at preset temperature of 1000 °C
6200T (TS analyzer)	148	Zero= air provided by analyzer Span= 884 ppb H2S/N2	Analyzer could only be zeroed on first day of visit. Calibration gas arrived on Nov. 12. Analyzer failed to calibrate and a fault was displayed: "Flow warning". Analyzer would not zero or span after that. Technicians at the factory were consulted on the phone for one hour to troubleshoot possible problems. The problem could not be found, so it was decided to send the instrument back to the factory to be repaired under Return Authorization Number (RMA) 7902
GC Pro (ACA, MOH, and BNZ)	313992	zero= N/A span= 90 ppb BNZ, 2.132 ppm ACA, 4.72 ppm MOH	The separation column for ACA and MOH was replaced to match same part used in unit in Costa Rica plant. This was done to improve separation from other possible hydrocarbon contaminants.

analyzer)			<p>New column Restek part number 19008 was used.</p> <p>This analyzer took about two days to clean up. This was the result of possible contamination on the tubing.</p> <p>On the third day at site it was calibrated on all three components. the timing was replaced to match the Costa Rica Analyzer. See below new settings of this GC Pro.</p>
4020 (THC analyzer)	313992	zero= CO2 span= 78.92 ppm CH4/CO2	Analyzer was zeroed and spanned without issue. Analyzer was left calibrated.

4060 GC PRO Analyzer SN 313992

Testing Information

Table A1.1: Instrument Information

Model	4060 GC PRO
P/N	Q7550
S/N	313992
S/O	N/A
RMA	N/A
Application	0-1PPM ACA*, 0-10 PPM MOH, 0-100 PPB BNZ in CO ₂
Configuration	Standard, Rack Mounting
Electrometer	R3: 100G, R4: 10G, R14: 499K

*ACA default setting is set at 0-5 ppm for ~ 2ppm Acetaldehyde in span gas at field.

Table A1.2: Testing Conditions

Gas Pressure (PSIG)	Gas Type	At Front Panel	Inlet pressure
	Fuel (100% H ₂)	6	40
	Air	7	40
	Carrier (N ₂)	7.5	80
	Sample / Span	N/A	10
Temperature (°C)	Sample	95	
	FID	50	
	Column	75	
Test Gas	Acetaldehyde	2.132 ppm	
	Methanol	8.12 ppm	
	Benzene	90 ppb	
	Methane	0 ppm	
	Carbon dioxide	Balance	

Table A1.3: Timing Setting

The 'Timing' dialog box contains the following data:

forward duration		Backward duration		TIMING									
Active	Phase	Gain	Begin	End	Lead Basepoint	Trial Basepoint	Base Res	Loc. MinMode	Loc. MinWindow	Adj (rs)	Adj (bl)		
S00	<input checked="" type="checkbox"/>	Yes	Forward	0	05:40	07:20	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S01	<input checked="" type="checkbox"/>	Yes	Forward	0	09:00	12:00	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S02	<input checked="" type="checkbox"/>	Yes	Backward	0	03:20	07:30	Yes	Yes	Greater	None	0	0	1
S03	<input type="checkbox"/>	No	Backward	0	00:00	04:30	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S04	<input type="checkbox"/>	No	Forward	1	00:00	00:10	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S05	<input type="checkbox"/>	No	Forward	1	00:00	00:10	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S06	<input type="checkbox"/>	No	Forward	1	00:00	00:10	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S07	<input type="checkbox"/>	No	Forward	1	00:00	00:10	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S08	<input type="checkbox"/>	No	Forward	1	00:00	00:10	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S09	<input type="checkbox"/>	No	Forward	1	00:00	00:10	Yes	Yes	Off	None	0	0	1

Table A1.4: Gas Channel Assignment and Measurement Range

The 'Group' dialog box contains the following data:

Active		Tag	Range	GROUP										
G00	<input checked="" type="checkbox"/>	Yes	ACA	R2	S00	Add	S01	N/A	S02	N/A	S03	N/A	S04	N/A
					S05	N/A	S06	N/A	S07	N/A	S08	N/A	S09	N/A
G01	<input checked="" type="checkbox"/>	Yes	MOH	R3	S00	N/A	S01	Add	S02	N/A	S03	N/A	S04	N/A
					S05	N/A	S06	N/A	S07	N/A	S08	N/A	S09	N/A
G02	<input checked="" type="checkbox"/>	Yes	BNZ	R1	S00	N/A	S01	N/A	S02	Add	S03	N/A	S04	N/A
					S05	N/A	S06	N/A	S07	N/A	S08	N/A	S09	N/A
G03	<input type="checkbox"/>	No	G03	R1	S00	N/A	S01	N/A	S02	N/A	S03	N/A	S04	N/A
					S05	N/A	S06	N/A	S07	N/A	S08	N/A	S09	N/A
G04	<input type="checkbox"/>	No	G04	R1	S00	N/A	S01	N/A	S02	N/A	S03	N/A	S04	N/A
					S05	N/A	S06	N/A	S07	N/A	S08	N/A	S09	N/A
G05	<input type="checkbox"/>	No	G05	R1	S00	N/A	S01	N/A	S02	N/A	S03	N/A	S04	N/A
					S05	N/A	S06	N/A	S07	N/A	S08	N/A	S09	N/A
G06	<input type="checkbox"/>	No	G06	R1	S00	N/A	S01	N/A	S02	N/A	S03	N/A	S04	N/A
					S05	N/A	S06	N/A	S07	N/A	S08	N/A	S09	N/A
G07	<input type="checkbox"/>	No	G07	R1	S00	N/A	S01	N/A	S02	N/A	S03	N/A	S04	N/A
					S05	N/A	S06	N/A	S07	N/A	S08	N/A	S09	N/A
G08	<input type="checkbox"/>	No	G08	R1	S00	N/A	S01	N/A	S02	N/A	S03	N/A	S04	N/A
					S05	N/A	S06	N/A	S07	N/A	S08	N/A	S09	N/A
G09	<input type="checkbox"/>	No	G09	R1	S00	N/A	S01	N/A	S02	N/A	S03	N/A	S04	N/A
					S05	N/A	S06	N/A	S07	N/A	S08	N/A	S09	N/A

Magdalena Carbox Site (Nov. 13 to Nov. 14), p/n Q7550 SN 313993

Summary: 6200T and 4020 analyzers were calibrated, GC Pro analyzer was contaminated and needed more time to clean up before calibration could be performed. See detail comments for each analyzer on the table below.

Model	Serial Number	Calibration Gas	Comments
540 (TS converter)	169	N/A	Converter is running OK at preset temperature of 1000 °C
6200T (TS analyzer)	149	zero= air provided by analyzer span= 835 ppb H2S/CO2	Analyzer was zeroed and spanned without issue. Analyzer was left calibrated.
GC Pro (ACA, MOH, and BNZ analyzer)	313993	zero= N/A span= 90 ppb BNZ, 2.02 ppm ACA, 4.416 ppm MOH	<p>The separation column for ACA and MOH was replaced to match same part used in unit in Costa Rica plant. This was done to improve separation from other possible hydrocarbon contaminants. New column Restek part number 19008 was used.</p> <p>This analyzer started contaminated, just as in Tulula site. The contamination was possible on the tubing. By second day the contamination was always cleared and needed one more day for stability. It was following about the same profile as analyzer in Tulula site.</p> <p>Due to time constraints on the trip I had to leave the site without calibrating the analyzer. But an engineer responsible for Tulula and Magdalena site was trained on how to calibrate the analyzer so that it could be calibrated next day with assistance from Teledyne.</p>
4020 (THC analyzer)	313993	zero= CO2 span= 80.75 ppm CH4/CO2	Analyzer was zeroed and spanned without issue. Analyzer was left calibrated.

4060 GC PRO Analyzer SN 313993

Testing Information

Table B1.1: Instrument Information

Model	4060 GC PRO
P/N	Q750
S/N	313993
S/O	N/A
RMA	N/A
Application	0-1PPM ACA*, 0-10 PPM MOH, 0-100 PPB BNZ in CO ₂
Configuration	Standard, Rack Mounting
Electrometer	R3: 100G, R4: 10G, R14: 499K

**ACA default setting is set at 0-5 ppm for ~ 2ppm Acetaldehyde in span gas at field.*

Table B1.2: Testing Conditions

Gas Pressure (PSIG)	Gas Type	At Front Panel	Inlet pressure
	Fuel (100% H ₂)	6	40
	Air	7	40
	Carrier (N ₂)	7.5	80
	Sample / Span	N/A	10
Temperature (°C)	Sample	95	
	FID	50	
	Column	70	
Test Gas	Acetaldehyde	2.02 ppm	
	Methanol	4.416 ppm	
	Benzene	90 ppb	
	Methane	0 ppm	
	Carbon dioxide	Balance	

Table B1.3: Timing Setting

Timing

Forward duration: 15:00 Backward duration: 09:00

TIMING

	Active	Phase	Gain	Begin	End	Lead Basepoint	Trial Basepoint	Base Res	Loc. MinMode	Loc. MinWindow	Adj (vs)	Adj (x1)
S00 <input checked="" type="checkbox"/>	Yes	Forward	0	05:40	07:20	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S01 <input checked="" type="checkbox"/>	Yes	Forward	0	09:00	12:00	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S02 <input checked="" type="checkbox"/>	Yes	Backward	0	03:20	07:30	Yes	Yes	Greater	None	0	0	1
S03 <input type="checkbox"/>	No	Backward	0	00:00	04:30	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S04 <input type="checkbox"/>	No	Forward	1	00:00	00:10	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S05 <input type="checkbox"/>	No	Forward	1	00:00	00:10	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S06 <input type="checkbox"/>	No	Forward	1	00:00	00:10	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S07 <input type="checkbox"/>	No	Forward	1	00:00	00:10	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S08 <input type="checkbox"/>	No	Forward	1	00:00	00:10	Yes	Yes	Off	None	0	0	1
S09 <input type="checkbox"/>	No	Forward	1	00:00	00:10	Yes	Yes	Off	None	0	0	1

Ok Cancel

Table B1.4: Gas Channel Assignment and Measurement Range

Group		Active	Tag	Range	GROUP																			
G00	<input checked="" type="checkbox"/>	Yes	ACA	R2	500	Add	501	N/A	502	N/A	503	N/A	504	N/A	505	N/A	506	N/A	507	N/A	508	N/A	509	N/A
G01	<input checked="" type="checkbox"/>	Yes	MOH	R3	500		501	Add	502	N/A	503	N/A	504	N/A	505	N/A	506	N/A	507	N/A	508	N/A	509	N/A
G02	<input checked="" type="checkbox"/>	Yes	BNZ	R1	500		501		502	Add	503	N/A	504	N/A	505	N/A	506	N/A	507	N/A	508	N/A	509	N/A
G03	<input type="checkbox"/>	No	G03	R1	500		501		502	N/A	503	N/A	504	N/A	505	N/A	506	N/A	507	N/A	508	N/A	509	N/A
G04	<input type="checkbox"/>	No	G04	R1	500		501		502	N/A	503	N/A	504	N/A	505	N/A	506	N/A	507	N/A	508	N/A	509	N/A
G05	<input type="checkbox"/>	No	G05	R1	500		501		502	N/A	503	N/A	504	N/A	505	N/A	506	N/A	507	N/A	508	N/A	509	N/A
G06	<input type="checkbox"/>	No	G06	R1	500		501		502	N/A	503	N/A	504	N/A	505	N/A	506	N/A	507	N/A	508	N/A	509	N/A
G07	<input type="checkbox"/>	No	G07	R1	500		501		502	N/A	503	N/A	504	N/A	505	N/A	506	N/A	507	N/A	508	N/A	509	N/A
G08	<input type="checkbox"/>	No	G08	R1	500		501		502	N/A	503	N/A	504	N/A	505	N/A	506	N/A	507	N/A	508	N/A	509	N/A
G09	<input type="checkbox"/>	No	G09	R1	500		501		502	N/A	503	N/A	504	N/A	505	N/A	506	N/A	507	N/A	508	N/A	509	N/A

Recommendations:

1. Set Cylinder pressure regulators settings per suggestions on piping drawing D92470 included in the manuals for proper operation of the analyzers and prevent damage. To simplify, It is suggested all patron gases be set at 15 to 30 psi, Air and H₂ be set at 30 to 50 psi, and N₂ carrier gas be set to 80 psi.
2. For utility gases used for 4020 and GC Pro analyzers, such as hydrogen (fuel), air, and Nitrogen (carrier) it is recommended to have ability to switch between two cylinders when one runs out. This will prevent the flame from going out in the detector and assuring that analyzer runs without any downtime. two cylinders with their own regulator and isolation valve could tee together.
3. The span gas for GC Pro at this moment has two cylinders, one has only MOH and the other has ACA and BNZ components. All three components (ACA, MOH, and BNZ) can be in a single cylinder. It is recommended for next purchase of span gas cylinder to do so. this can prevent accidental miscalibration due to confusions.

Anexo 4

COMUNICACIÓN TÉCNICO ÁNGEL ALEGRIA (TAI) 16/11/2015

Gases a consumir N2, H2, y Aire grado cero analítico en Teledyne.

ANALIZADOR 4000 series

Carrier = Nitrógeno

Fuel= Hidrógeno

Air= Aire

En este analizador se calibra Acetaldehido (ACA) 1 ppm R2

Metanol (MOH) 10 ppm R3

Benceno BNZ 0.1 ppm R1



Me parece que el ACA esta movido a la derecha. Asi que vamos a tener que poner el Metanol para confirmaran. Pere quiero ver el pico de Benceno primero antes de cambiar gas.

Si el ACA y BNZ están vacíos, no se puede hacer mucho con el Benceno. Se ven picos, pero sin flujo de gas no hay seguridad del ajuste.

Puede cerrar la botella de ACA y BNZ. Después abra el metanol. Podemos usar el metanol para ajustar el ACA. Pero no el Benceno. Aunque se ve un pico de BNZ que está en buena posición. Eso va tener que esperar confirmación cuando consigan nueva botella.

