

Capítulo 4

Sensores NIR

4.1 – Fundamentos de los sensores NIR

4.1.1 – Introducción.

En varios tipos de industria se usan secaderos de sólidos. La humedad es controlada usando modelos empíricos con parámetros fácilmente mensurables, como la temperatura del aire de gases de combustión, que da una medida de la humedad contenida del polvo. Estos métodos son susceptibles a influencias externas como la temperatura ambiental que podría deformar la relación considerablemente. Por ejemplo, en el verano, cuando la temperatura ambiente es más alta, la humedad relativa del aire en el proceso naturalmente será más alta que en invierno, cuando el aire es más frío.

De ahí que el nivel de humedad del producto puede variar entre tomas, aun cuando el secado haya sido parado en el mismo momento, y se requieran pruebas de muestras adicionales en el laboratorio para asegurar que el producto se encuentra dentro de las especificaciones.

La medida de humedad en tiempo real es uno de los intereses principales en procesos industriales en los cuales un producto es secado o humedecido. El control de proceso automático de un secador depende de la disponibilidad de un sensor que proporcione una medida del contenido de humedad en el producto. La tecnología de espectroscopia del infrarrojo cercano (NIR) ha sido desarrollada durante los veinte últimos años para una amplia gama de usos industriales y ahora es reconocido como una técnica de medida sumamente poderosa para la automatización y control.

El análisis NIR ha crecido en popularidad debido a su capacidad de proporcionar rápidamente una información cualitativa y cuantitativa de muchos productos. Las características no invasivas ni destructivas de técnicas de espectroscopia vibracional, como NIR, las hacen nuevas herramientas para la garantía de la calidad de línea.

El control y detección de punto final de un proceso de secado de granulación farmacéutica ha estado basado tradicionalmente en medidas directas fuera de línea. El uso de sistemas NIR permite la obtención de medidas de la humedad en línea.

En el proceso de espectroscopia NIR influyen muchos factores como la composición de la muestra, tamaño de partícula, homogeneidad y variaciones de temperatura. Todos estos factores pertenecen a la sustancia analizada y puede ser controlados y fijados en la fase de calibración del instrumento NIR. Otros factores, como la corriente de aire del secadero, o el volumen de la masa dentro del secador

son factores externos relacionados con el medio donde la muestra está siendo analizada.

4.1.2 – Fundamentos de los equipos de espectroscopia de infrarrojo cercano.

Los primeros estudios sobre la espectroscopia del infrarrojo cercano datan del siglo XIX. Herschel fue considerado su descubridor y la región comprendida entre 700 y 1100 nm es a menudo conocida como región de Herschel. Años después se definió la región NIR desde 780 hasta los 2526 nm. Sin embargo, no fue hasta la 2ª guerra mundial cuando el desarrollo de instrumentos NIR posibilitaron aplicaciones prácticas de esta región del espectro electromagnético (EMS).

Por NIR, se entiende la zona del infrarrojo cercano, es decir, la zona del espectro electromagnético situada al final de la zona visible y al comienzo de la zona infrarroja media.

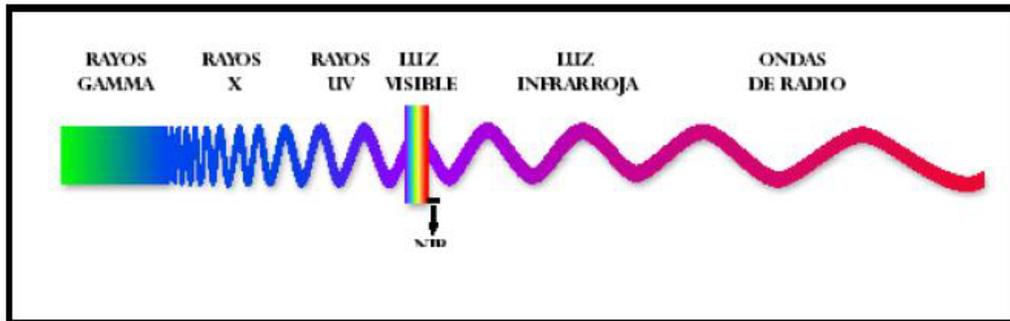


Figura 4.1 - Espectro electromagnético

Los elementos principales de un equipo NIR son:

- Lámpara. Generalmente halógenas de tungsteno.
- Lente holográfica cóncava, que puede ser móvil o estacionaria.
- Filtros. Son elementos que eliminan la llegada de longitudes de onda no deseadas al detector.
- Detector. Detecta la radiación NIR. Los más utilizados son el sulfuro de plomo (PbS), debido a las buenas prestaciones que presenta tanto de sensibilidad como de rango (900-3300 nm.), El silicio para longitudes de onda entre 400 y 1100 nm, y el Ingaes, para longitudes de 900-1700 nm. Pero el que más se está estableciendo últimamente es la matriz de diodos.

El procedimiento de medida de un equipo es el siguiente: el haz de luz emitido por la lámpara pasa directamente por la muestra, parte de esa luz será absorbida, y parte reflejada. La parte reflejada pasa por un filtro y a continuación por una red de difracción, capaz de dispersar todo el haz de luz en diferentes longitudes de onda, recogidas por el detector.

4.1.3 – Ventajas.

Las principales ventajas que ofrece la aplicación de la tecnología NIR frente a otros métodos analíticos son las siguientes:

- La preparación de la muestra demanda muy poco tiempo. Se pueden analizar muestras de grano entero sin ninguna preparación previa.
- Es una técnica no destructiva.
- No se requieren reactivos químicos para efectuar el análisis.
- Es una técnica limpia que contribuye a la conservación del medio ambiente.
- La operación del equipo es sencilla.
- Múltiples constituyentes pueden ser analizados simultáneamente en la misma muestra.
- Incorporar el equipo a la línea de procesado (aplicación on-line) que permite obtener resultados inmediatos, retroalimentación automática en el proceso de control, menos personal operador y un costo de procesado más eficiente.

4.2 – Sensor de humedad de entrada.

4.2.1 – Introducción.

El sensor de humedad de entrada se encuentra colocado dentro del tambor del humidificador, en la zona de salida de éste.



Figura 4.2 - Sensor de humedad de entrada

Este sensor posee un equipo de visualización y mando propio, desde el que se puede configurar distintos parámetros y realizar la calibración:



Figura 4.3 - Panel de control de sensor de entrada

Aunque en un principio este sensor parece más sencillo y rápido de calibrar que el de salida, es el que más problemas ofrece. Uno de los principales inconvenientes es que no se dispone de documentación alguna acerca del sensor.

Desde el panel de control propio del sensor se puede acceder a las distintas opciones del software por medio del botón direccional que posee. Presionando arriba y abajo aparecen en pantalla las distintas opciones y pulsando derecha se accede a ellas. Para realizar cambios se pide contraseña, que es 0000. Las opciones que aparecen son:

- On-line.
- Cal. Params.
- Cal. Develop o Calibration Routine.
- Diagnostics.
- Miscellaneous.

4.2.2 – Calibración.

Existen dos formas de calibración: manual, en la que se insertan los parámetros uno a uno, y automática.

En primer lugar se realiza una calibración automática del sensor. Para ello hay que tomar una serie de muestras de producto, anotando el valor que marca el panel del sensor en ese instante y obteniendo la humedad de la muestra a través de la

balanza de precisión (cuyo funcionamiento se incluye en el sensor de salida). Los pares de valores utilizados fueron:

Valor real	Valor sensor
3.50	3.00
2.85	2.90
2.00	2.80

Tabla 1 - Valores calibración sensor entrada

Una vez que se tiene un conjunto de pares de valores, real y medido por el sensor, se introducen del siguiente modo:

1. Entrar en la opción *Calibration Routine*.
2. Se introduce la contraseña (0000).
3. Se introduce el número de pares de datos a insertar, que debe ser al menos dos.
4. Se selecciona la calibración a ajustar.
5. Se introducen los pares de datos. Primero se escribe el valor obtenido con la balanza y después el medido por el equipo.
6. Al aceptar, el software calcula los parámetros *cero* y *span* automáticamente.
7. Por último se transfiere la calibración y se graba.

Realizado este proceso se observa que la calibración automática ofrece unos resultados mediocres. Suficientes si se quiere tener una idea de la humedad de entrada pero carentes de precisión en la medida. Por ello se llega a la conclusión de realizar primero un calibrado automático para acercar los valores medidos a los reales, y luego variar los parámetros manualmente para alcanzar mayor precisión.

Entrando en el menú Cal. Params, se accede a los parámetros “cero”, “span”, “coef.1” y “coef.2”.

La calibración lo que busca es hacer una recta que pase por el origen. Moviendo el cero se desplaza la recta para que pase por el origen y con el span se modifica la pendiente.

Los parámetros “coef.1” y “coef.2” son los coeficientes de un filtro de primer orden. Los valores predeterminados son “0” y “1” respectivamente, y son con los que se trabajará. Conforme se aumenta el valor del primero y se disminuye el segundo se observa que el valor ofrecido sufre más oscilaciones, siendo poco estable. Cuanto menor sea “coef.2” más peso tiene el último valor leído.

Una vez calibrado el sensor, se observa que la medida fluctúa en las mismas condiciones según la climatología. Además, por lo explicado en el apartado de funcionamiento de sensores NIR, se sabe que el sensor emite un haz de radiación infrarroja y mide la radiación reflejada, para así conocer la absorbida. Por lo que en días nublados o con niebla, las nubes absorberán radiación, desvirtuando la medida. Por ello se decidió cubrir la salida del humidificador, para que el sensor pudiera

trabajar en condiciones de oscuridad y no se viera afectado por perturbaciones externas.

4.3 – Sensor de humedad de salida.

4.3.1 - Introducción.

El sensor de humedad de salida se encuentra situado sobre la cinta de salida de producto del trómel de secado, pero en el momento de su instalación se retiró la cubierta con visera para poder colocar el sensor más cerca de la cinta.



Figura 4.4 - Sensor de humedad de salida.

El sensor posee una salida por conector serie que puede conectarse a un PC para su calibración. Ésta es imprescindible antes de comenzar a tomar medidas de humedad. Para realizar la calibración se utiliza el software proporcionado por el fabricante: “IRP 5 Filters”.

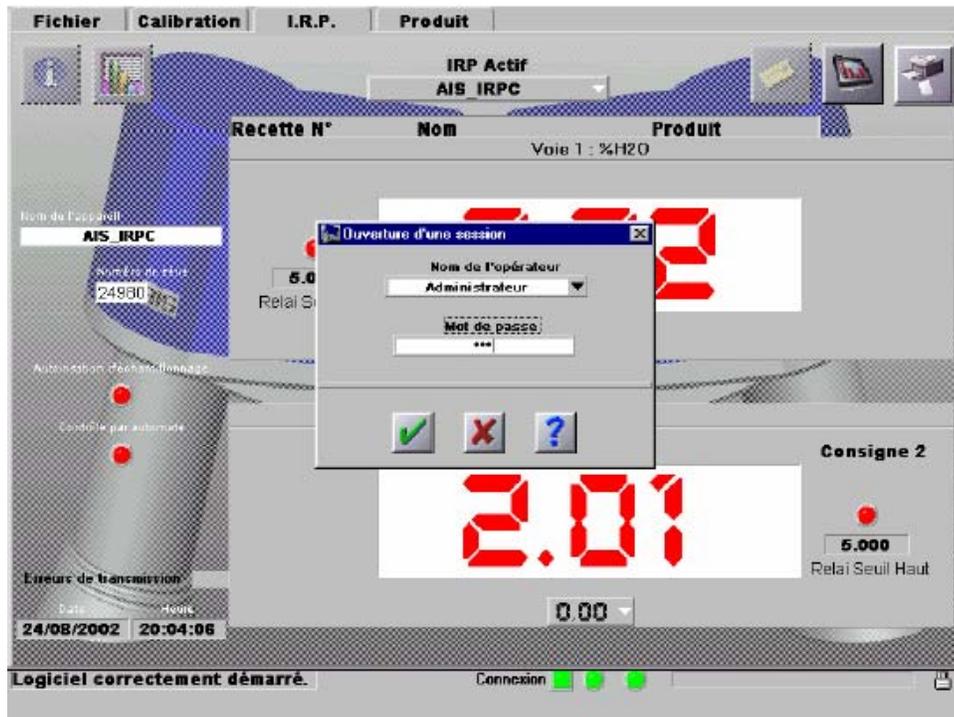
Dado que el software no dispone de ayuda y que no se dispone de ningún manual de referencia, se ha redactado una pequeña guía contemplando las principales opciones del software y centrándose en el proceso de calibración.

4.3.2 - Descripción del software.

El software dispone de varios niveles de operación, cada uno con su contraseña para el acceso:

1. Utilitario → ---
2. Administrador → AIS
3. Operador experto → danger

Podemos observar la ventana en la siguiente figura:

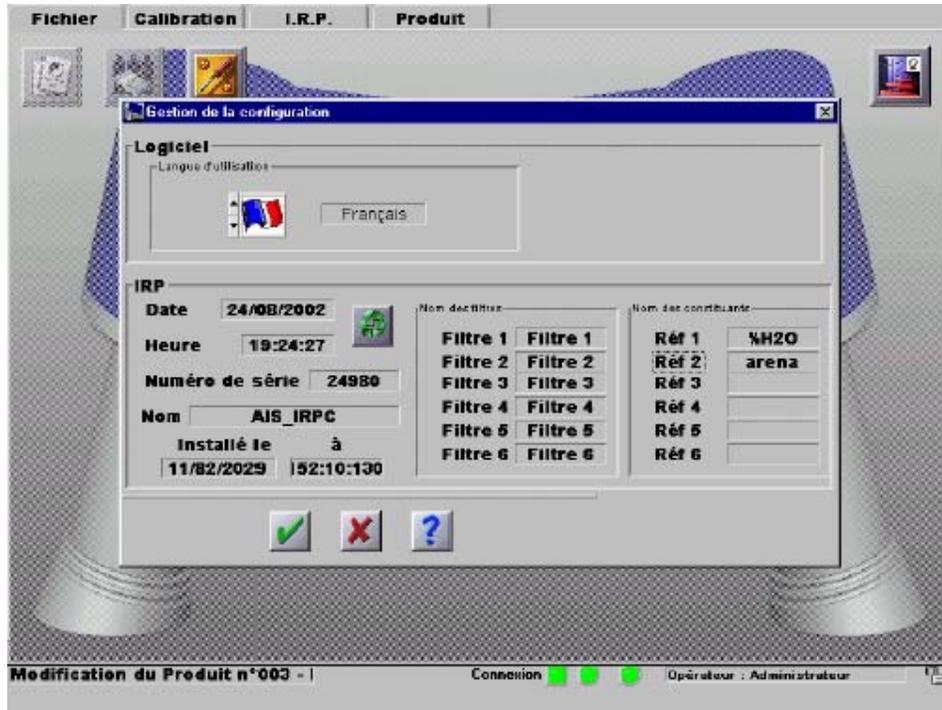


El software del sensor de salida está formado por cuatro pestañas: Fichier, Calibration, I.R.P. y Produit.

En la primera de ellas, Fichier, se dispone de las siguientes herramientas (de izquierda a derecha):

- A.1: para la obtención de ayuda
- A.2: para la configuración de los distintos accesos.
- A.3: para la gestión de configuración de parámetros del programa.
- A.4: para salir del programa.

De todos ellos, A.1 y A.2 sólo pueden ser usados en modo experto, y A.3 en modo administrador. A continuación se muestra la herramienta de gestión de la configuración del programa:



En la gestión de configuración se puede cambiar el idioma (lo cual no es recomendable ya que origina bastantes errores), la fecha y la hora. Pero lo más destacable de este apartado es que se puede apreciar el número de filtro activos del sensor y las distintas medidas (o referencias) que se pueden obtener de ellos. En el caso de la figura se tienen todos los filtros activados y las medidas que se desean obtener son la humedad, en base húmeda de la arena (% H_2O), y el caudal de arena por la cinta (arena).

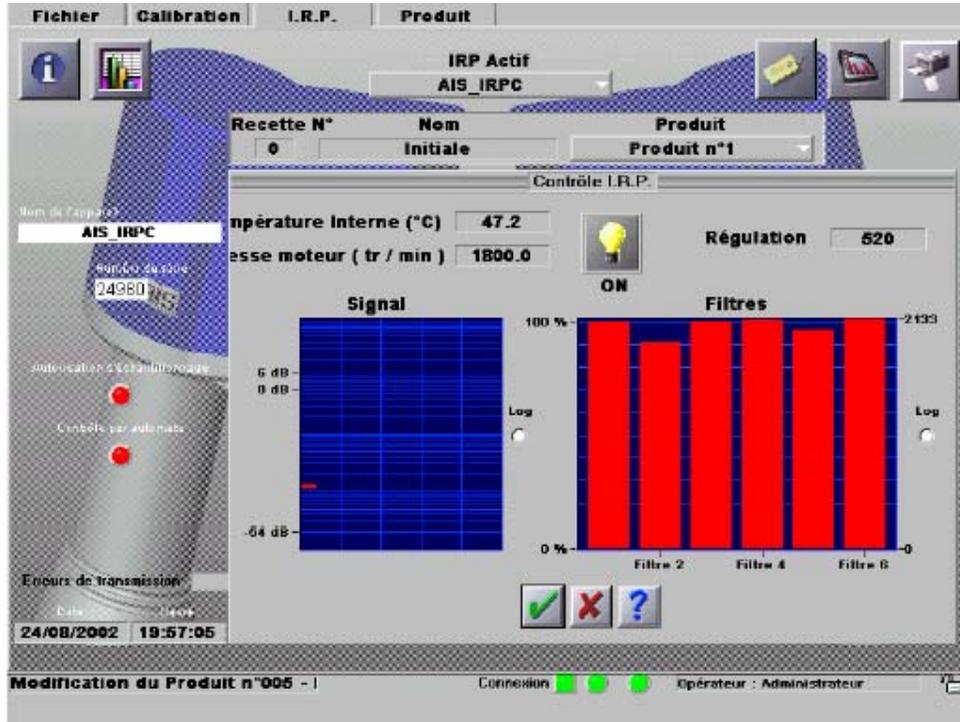
Desde la pantalla I.R.P. se visualizan los valores actuales de las medidas y de los distintos filtros:



Aquí se puede ver el nombre del sensor “AIS_IRPC”, y la receta activa en ese momento “Initiale”. Las herramientas disponibles son (de izquierda a derecha):

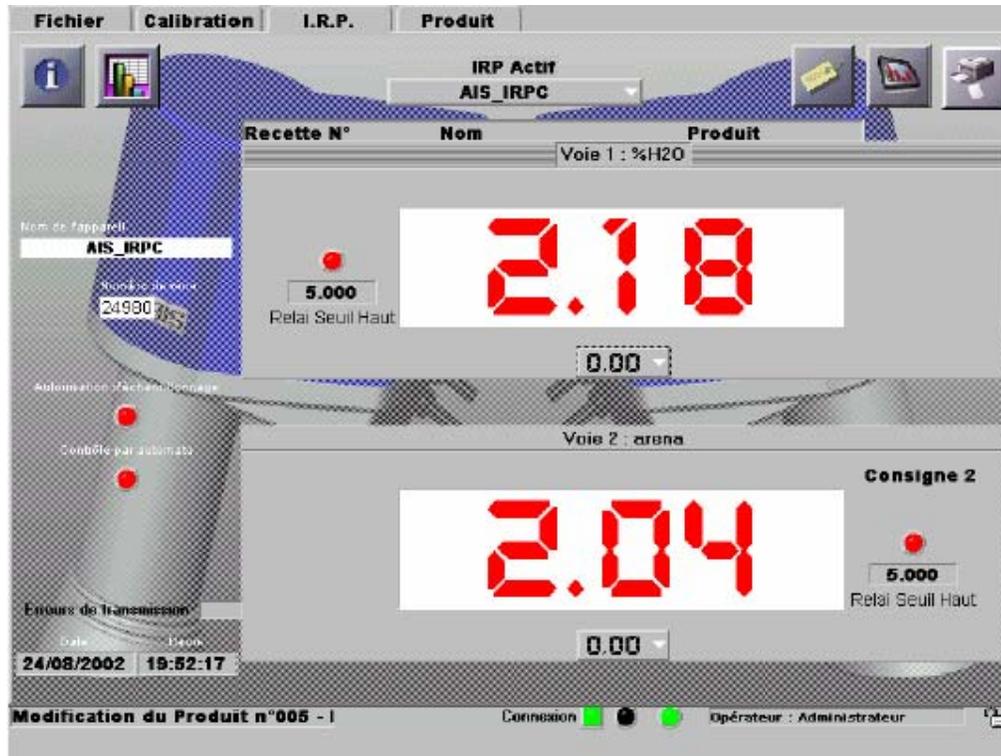
-  : para la obtención de información.
-  : para la visualización de los valores de todos los filtros activos.
-  : para la gestión de recetas en el sensor.
-  : para la selección del modo de visualización de las distintas medidas.
-  : para imprimir.

En  se puede ver el valor de los distintos filtros, el nivel de señal captada por el sensor, la temperatura interior del equipo sensor y el número de barridos por minuto realizado por la lente del instrumento:



En  se ven las recetas transmitidas al sensor, y se puede activar la receta deseada. La receta elegida es la que va a realizar la conversión de la lectura de los filtros a la medida deseada, y mandar la señal correspondiente al exterior.

En  se selecciona el modo de visualización de las señales, filtros y medidas, pudiéndose observar los valores de los dos canales:



4.3.3 - Calibración del sensor.

Una vez descrito de forma general el entorno de trabajo, se van a detallar los pasos a seguir para la calibración del sensor.

Lo primero es realizar la toma de muestras, para su posterior almacenamiento en la base de datos del programa. Para llevar a cabo esta tarea se necesita la ayuda de una balanza de precisión que nos indique la humedad de la arena real.

4.3.3.1 – Balanza de precisión.

Este instrumento de medida sirve para conocer la humedad real de una muestra (se asume que esta balanza está calibrada correctamente), de forma que se convierta en el instrumento patrón para la calibración del sensor colocado en el secadero.



Figura 4.5 - Balanza de precisión

La balanza de la que se dispone es una balanza de precisión *Sartorius*, que mide la humedad de un sólido. El instrumento mide el peso de la muestra tomada, en este caso arena, y a continuación la calienta durante un período de tiempo que será mayor cuanto mayor sea el peso de la muestra. La balanza admite un peso máximo de 30 gr., así que la mayoría de las muestras se tomaron entre los 24 y 28 gr., para obtener una precisión lo mayor posible. Durante este tiempo se va evaporando el agua y cuando la arena está totalmente seca proporciona el nivel de humedad que contenía la muestra. Así que mientras mayor sea la humedad también será mayor el tiempo de espera.

Para realizar la medida se han de seguir los siguientes pasos:

- 1.- Conectar la balanza y pulsar el encendido.
- 2.- Realizar la tara del plato. La muestra de sólido que se vaya a medir puede recogerse con cualquier recipiente. Como el peso de éste puede variar, se necesita realizar una medida de su peso, para que la balanza pueda modificar los cálculos y no afecte a la medida final. El proceso a realizar es el siguiente:
 - 2.1.- Abrir la tapa.
 - 2.2.- Poner el plato y cerrar la tapa.
 - 2.3.- Pulsar al tecla "CF" (aparecerá entonces la palabra "TAR" en el display).
 - 2.4.- Esperar a que se establezca el peso y pulsar "ENTER" (desaparecerá de la pantalla la palabra "TAR").
- 3.- Abrir la tapa y colocar la muestra de sólido en el plato (entre 20 y 30 gr.).
- 4.- Cerrar la tapa y automáticamente se pondrá la balanza a calentar la muestra (apareciendo en la parte superior derecha el símbolo del aporte térmico).

5.- A partir de ese momento el aparato empieza a medir el tiempo y en la pantalla aparece la humedad o el peso en distintos formatos. Este puede seleccionarse con la tecla “MODE”, que puede ser pulsada durante el proceso.

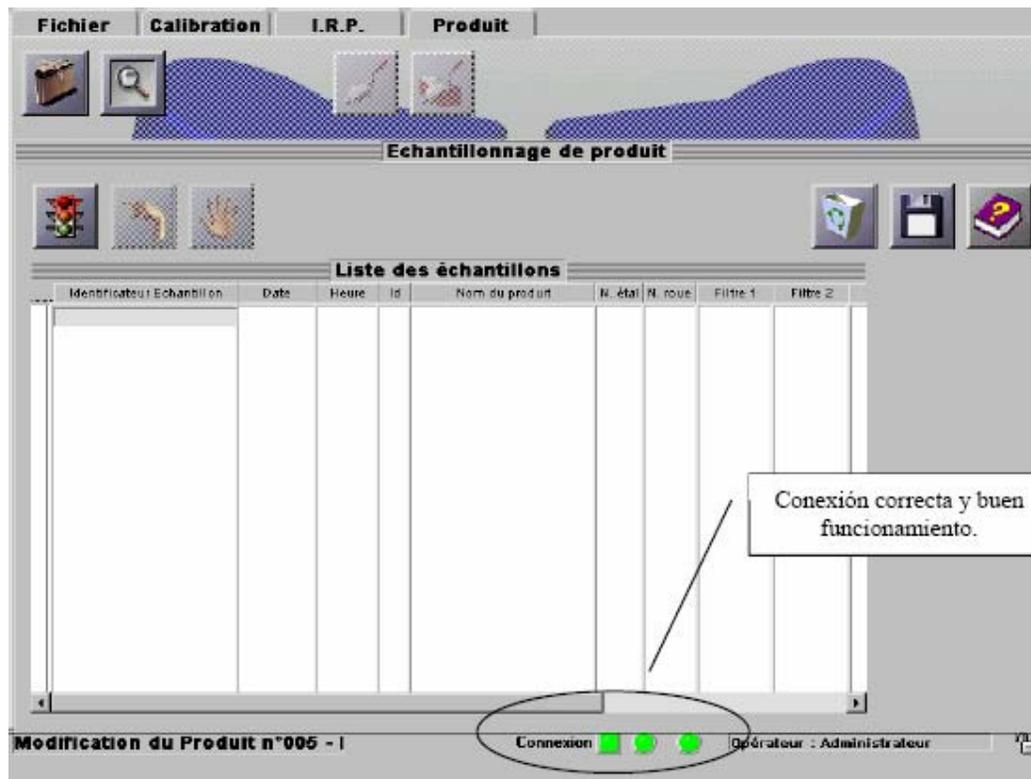
6.- Cuando el peso se estabilice la balanza avisa con señal acústica y aparecerá en la pantalla el indicativo “END”, habiendo finalizado la medida.

Las teclas “F1” y “F2” junto con la inferior derecha sirven para elegir la temperatura de calentamiento (por defecto está en 130°C). También se puede programar un tiempo máximo.

Se recomienda colocar la balanza en un lugar ausente de vibraciones y de corrientes de aire, ya que se ha comprobado que afectan a la medida.

4.3.3.2 - Toma de muestras.

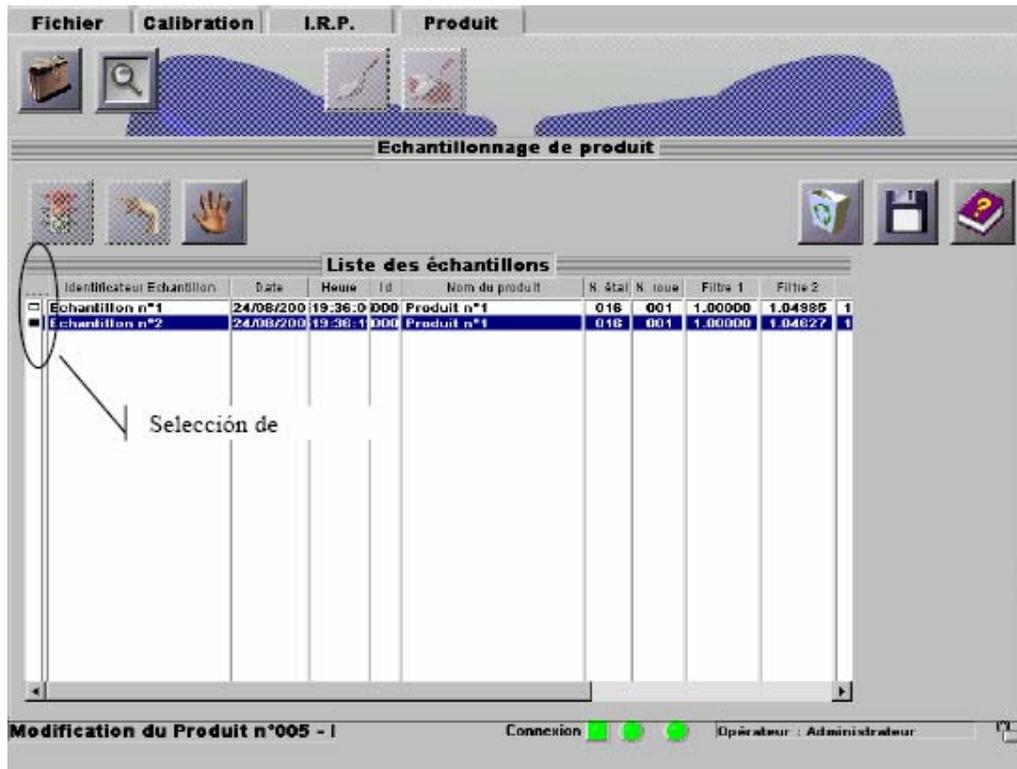
Para comenzar a tomar muestras lo primero es ir a la pestaña *Produit*, y una vez allí, abrir *Échantillonnage de produit* (muestrario de producto) con el primer botón de la izquierda.



Para insertar muestras en el listado, se ha de activar el muestrario pulsando en , comprobando antes que el sensor está bien conectado al ordenador y con buen funcionamiento, es decir, el indicador cuadrado debe ser de color verde fijo. Al activar el muestrario, el led verde de la izquierda que contiene la carcasa del sensor comenzará a parpadear, y por tanto también lo hará el de la pantalla del programa. Esto quiere decir que el equipo está preparado para tomar una muestra, lo cual se debe hacer del siguiente modo:

- 1°.- Comprobar que parpadee la luz verde de la izquierda de la carcasa del sensor.
- 2°.- Tomar muestra de arena.
- 3°.- Mantener pulsado el botón izquierdo del sensor hasta que el led, que debe ser intermitente y de color verde, pase a ser de color rojo fijo, y luego a verde fijo. Entonces ya se ha almacenado la muestra.
- 4°.- A los pocos segundos el led pasará de nuevo a ser verde intermitente.

Inmediatamente se ha de obtener el valor de laboratorio de la humedad de la muestra con la balanza de precisión, y anotarlo para su posterior vínculo con la muestra almacenada en el muestrario. Pero antes de introducir estos valores se han de grabar las muestras deseadas de la lista, seleccionándolas y después pulsando grabar .



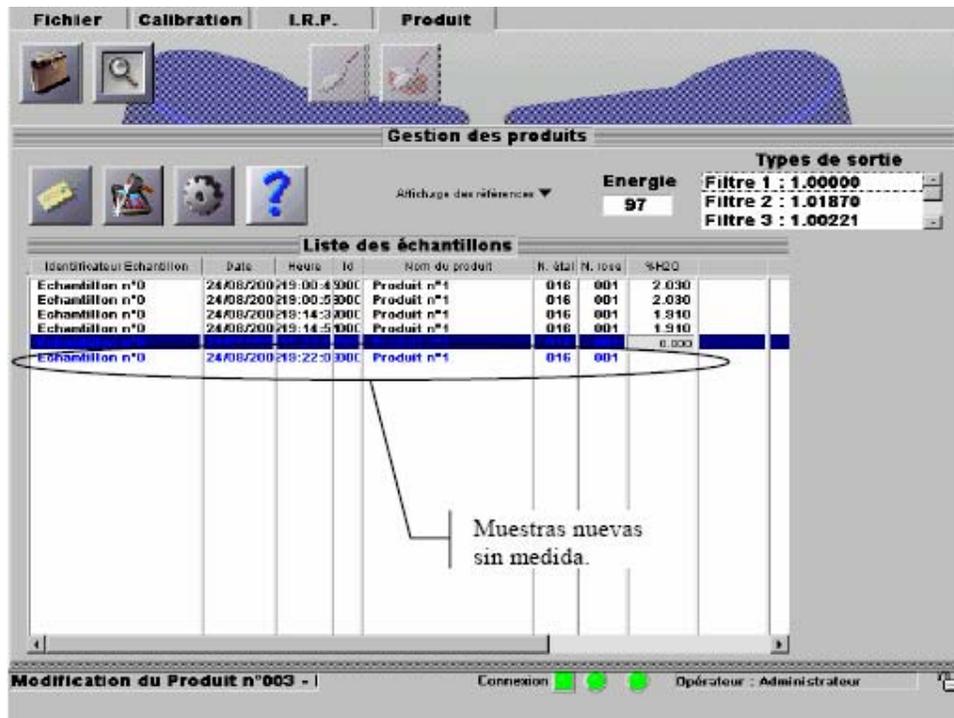
The screenshot shows a software window titled 'Echantillonnage de produit'. It features a menu bar with 'Fichier', 'Calibration', 'I.R.P.', and 'Produit'. Below the menu bar are several icons, including a folder, a magnifying glass, and a hand. The main area contains a table titled 'Liste des échantillons' with the following data:

Identificateur Echantillon	Date	Heure	Id	Nom du produit	N. état	N. toue	Filtra 1	Filtra 2
<input type="checkbox"/> Echantillon n°1	24/08/200	19:36:0	000	Produit n°1	018	001	1.00000	1.04985
<input checked="" type="checkbox"/> Echantillon n°2	24/08/200	19:38:1	000	Produit n°1	018	001	1.00000	1.04627

At the bottom of the window, there is a status bar with the text 'Modification du Produit n°005 - I', 'Connexion' with three green indicator lights, and 'Opérateur : Administrateur'.

Si por el contrario lo que se quiere es borrar alguna, aún estamos a tiempo, seleccionándola y pulsando . Y cuando se termine de tomar las muestras necesarias y se quiera desactivar el muestrario se pulsa en , y la luz verde pasará a ser fija de nuevo.

Una vez almacenadas las muestras se pueden asignar los valores medidos. Para ello se ha de mostrar la lista de muestras con el gestor de productos, pulsando en la herramienta . En este gestor se pueden ver las muestras grabadas con los correspondientes valores medidos. Las nuevas muestras almacenadas están en color azul y sin ningún valor en la columna %H2O. Si nos desplazamos a esta columna e introducimos los valores que hemos obtenido de la balanza de precisión, las muestras pasarán a ser de color negro. También se puede ver el valor de los filtros y la energía en cada muestra.

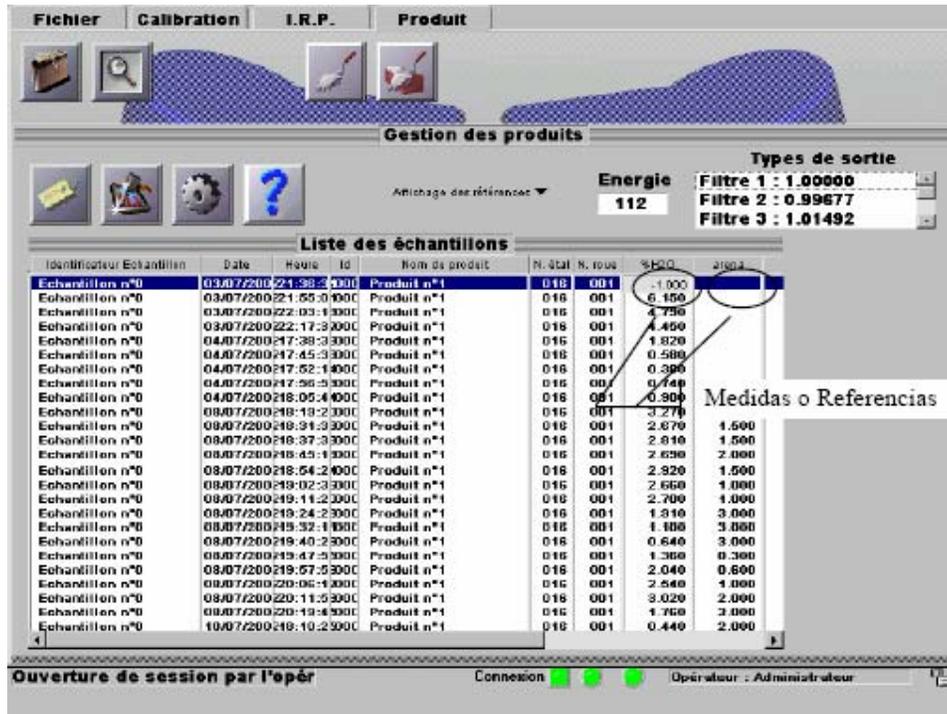


En relación con el tratamiento de las muestras se deben aclarar los siguientes puntos

- Cuando se toma una muestra, ésta puede ser de un tipo de producto u otro. Esta diferencia la tiene en cuenta el programa, pudiendo cambiar el nombre del producto de la muestra. En este caso, siempre es arena y se deja el nombre predeterminado (Produit n°1).
- También se puede cambiar el nombre de la muestra, ya sea por gusto o por hacer notar alguna característica especial. Esto se hace al momento de

tomar la muestra, en el *Échantillonnage de produit*. Pero no es recomendable por los problemas que da, como después se verá.

Cuando se haya tomado el número de muestras necesarias, se tendrá una lista como la siguiente:



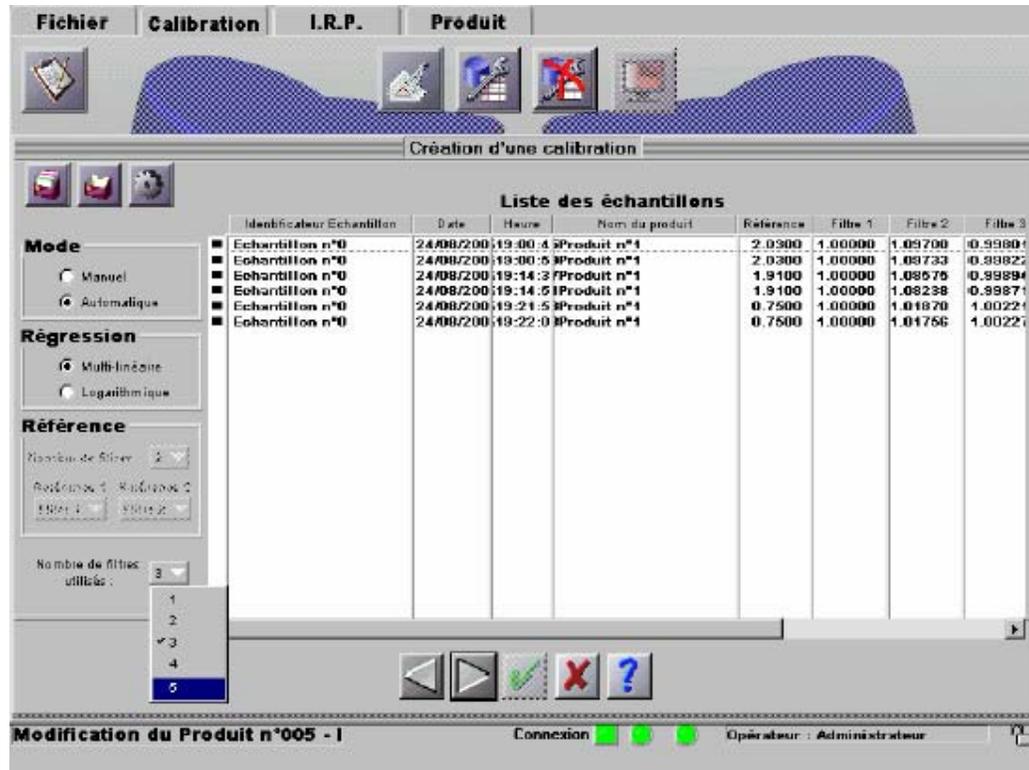
4.3.3.3 - Las calibraciones.

Para el correcto funcionamiento del sensor, éste ha de tener cargada una receta en la que se recogen todos los parámetros necesarios para una medida determinada. Pero como base de esta receta se debe crear la llamada *Calibration*, es decir, calibración. Esto se hace pulsando  en la pestaña *Calibration*. La ventana que aparece es como la siguiente:



Ahora se debe seleccionar la medida o referencia que se desea calcular en la nueva calibración. En este caso se tiene humedad (%H₂O) y también se puede obtener una estimación del caudal de arena (arena).

Después se selecciona el tipo de producto para realizar la calibración, siempre y cuando se tenga un mínimo de seis muestras de ese producto; en este caso es *Produit n°1*. Y a continuación se pasará a la creación de la calibración.



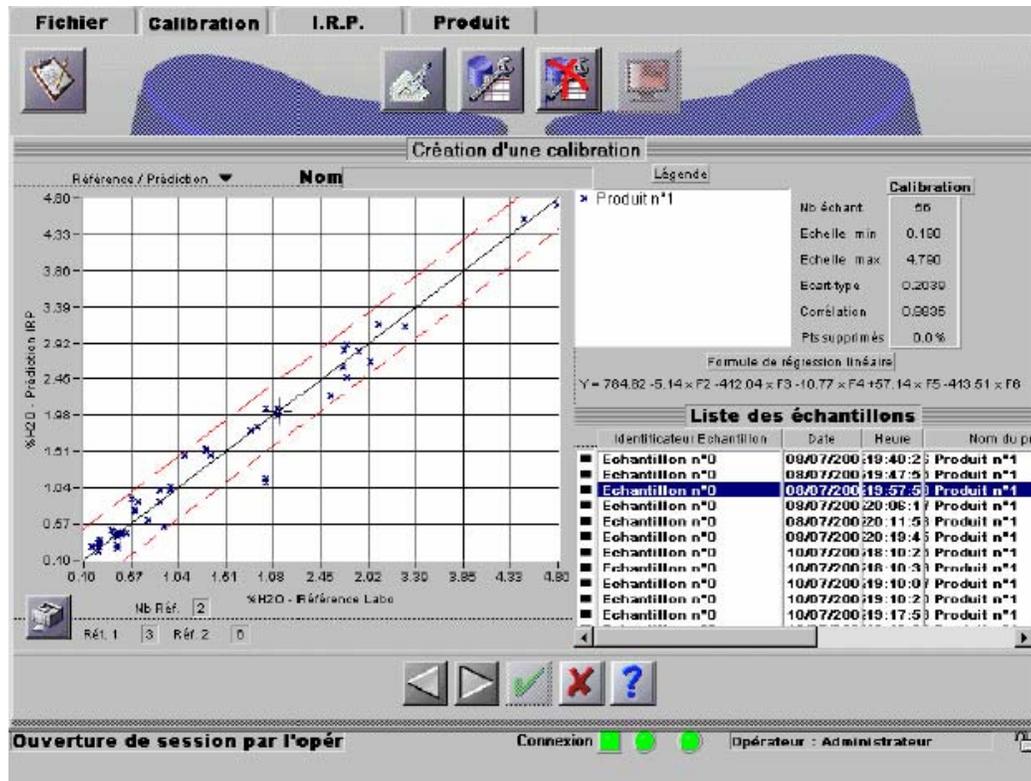
En este punto se ajustan los parámetros para calcular la receta de regresión:

- Modo de calcular la recta: Manual o Automático. El mejor modo es el automático.
- Tipo de regresión: Multi-lineal o Logarítmica.
- Referencia utilizada en modo manual, con el número de filtros deseados.
- Número de filtros a utilizar en modo automático. Es posible tomar hasta cinco filtros.

En este momento se pueden desechar las muestras que consideremos no válidas para el cálculo de la regresión de esta calibración, quitándoles la selección. Y también podemos ver los valores de los filtros y de las medidas anotadas en cada muestra.

En la siguiente ventana aparece un listado de las regresiones calculadas, ordenadas de mejor a peor. En cada una de ellas se indican las referencias y combinación de filtros realizada, y los valores de desviación y correlación obtenidos. Si no se desea alguna en especial, se tomará la mejor en un principio.

Después se representa la regresión seleccionada junto con las muestras tomadas, pudiéndose observar las muestras que están bien o mal situadas en la zona de trabajo.



Una vez ajustada la calibración, se ha de introducir un número para ella. Este proceso se realiza para todas las distintas calibraciones que se quieran tener.

4.3.3.4 - Creación de recetas

Para crear una nueva receta se utiliza la herramienta  de la pantalla *Produit*, y se selecciona el tipo de producto que se utilizará con esa receta. Después aparece la siguiente pantalla en la que se sitúa la calibración a emplear en cada *Voie*:



El equipo tiene capacidad para mandar dos señales, es decir, dos medidas. Pero en este caso sólo se trabaja con una, la humedad en base húmeda (%H₂O), y la otra señal simplemente es generada por el sensor, y leída por el ordenador conectado directamente a él, pero no es mandada al exterior.

A continuación se configuran estas dos señales o vías:



La señal de trabajo es la “Voie 1”, con lo cual la vía 2 no es necesario ajustarla. Primero se coloca el tipo de señal de salida, en nuestro caso es 4-20 mA, y seguido se da el valor de la medida que corresponde a la salida analógica mínima y máxima. Después de observar que la señal mandada por el sensor era bastante inferior a los 4mA que debía mandar, se optó por invertir el mínimo y el máximo, es decir:

- S.A. Min => 3%hbh => 4mA
- S.A. Max => 0%hbh => 20mA

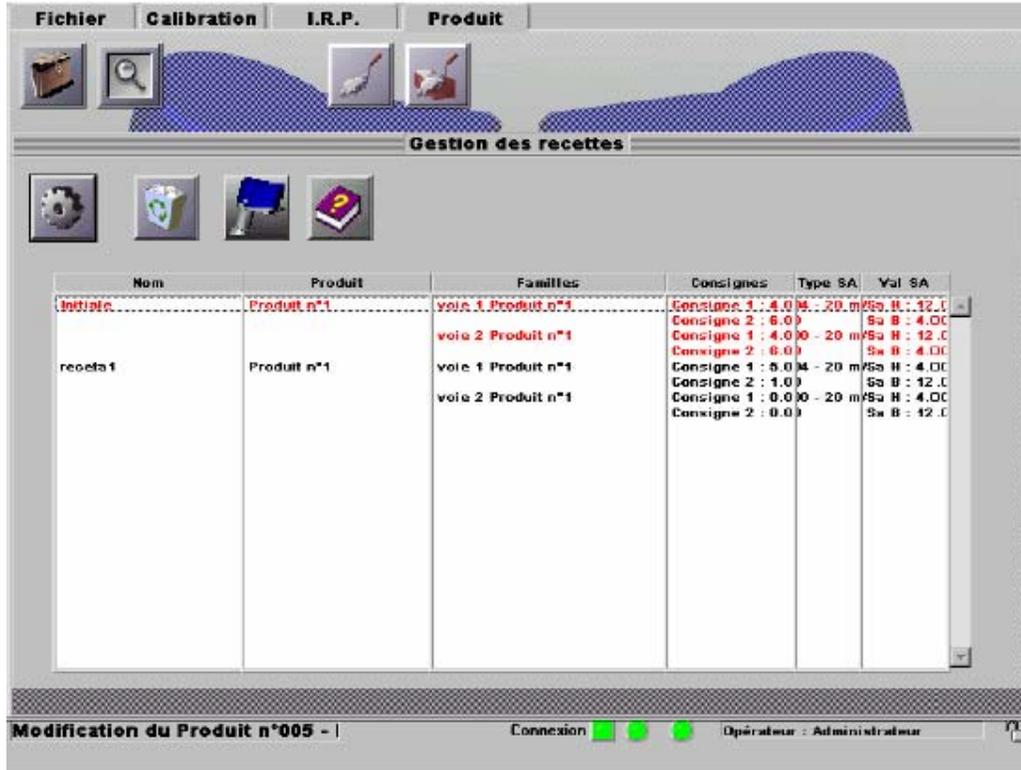
Ya que de lo contrario se tendrían valores negativos de humedad cuando el real fuese cercano a cero pero positivo, y de este modo simplemente se tiene un error de valor en una zona de no trabajo.

Por último, se debe dar un nombre a esta receta para distinguirla.

4.3.3.5 - Gestión de recetas.

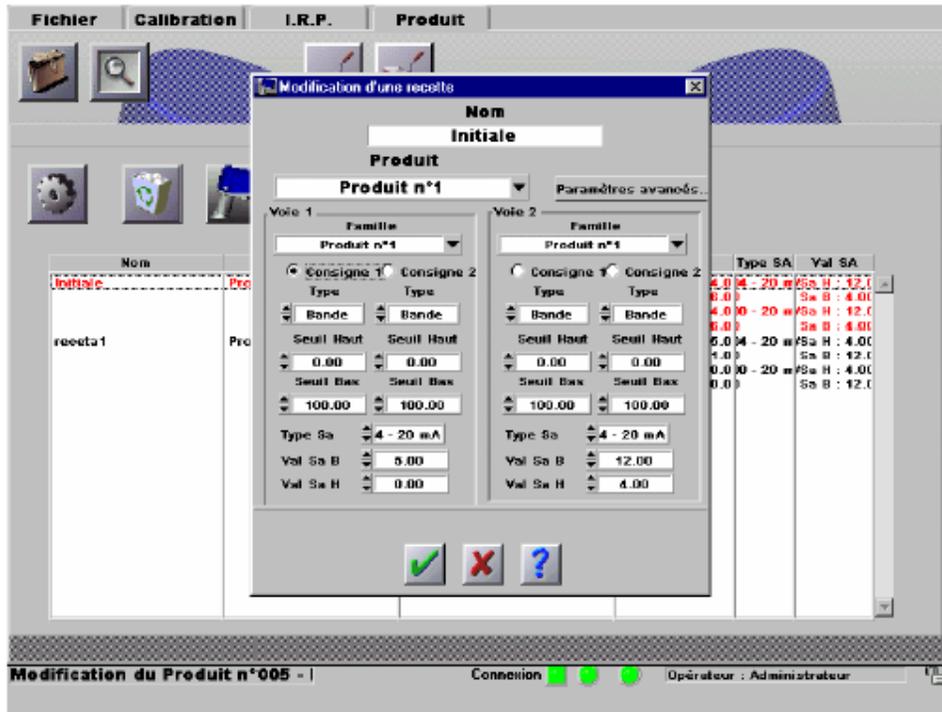
Para poder gestionar las recetas, se ha de utilizar . Aquí se podrán transmitir o desactivar las recetas, incluso modificar algunos parámetros de ellas.

Se pueden distinguir dos tipos de recetas, las que aparecen en rojo (transmitidas al sensor) y las lo hacen en negro (sin transmitir al sensor).



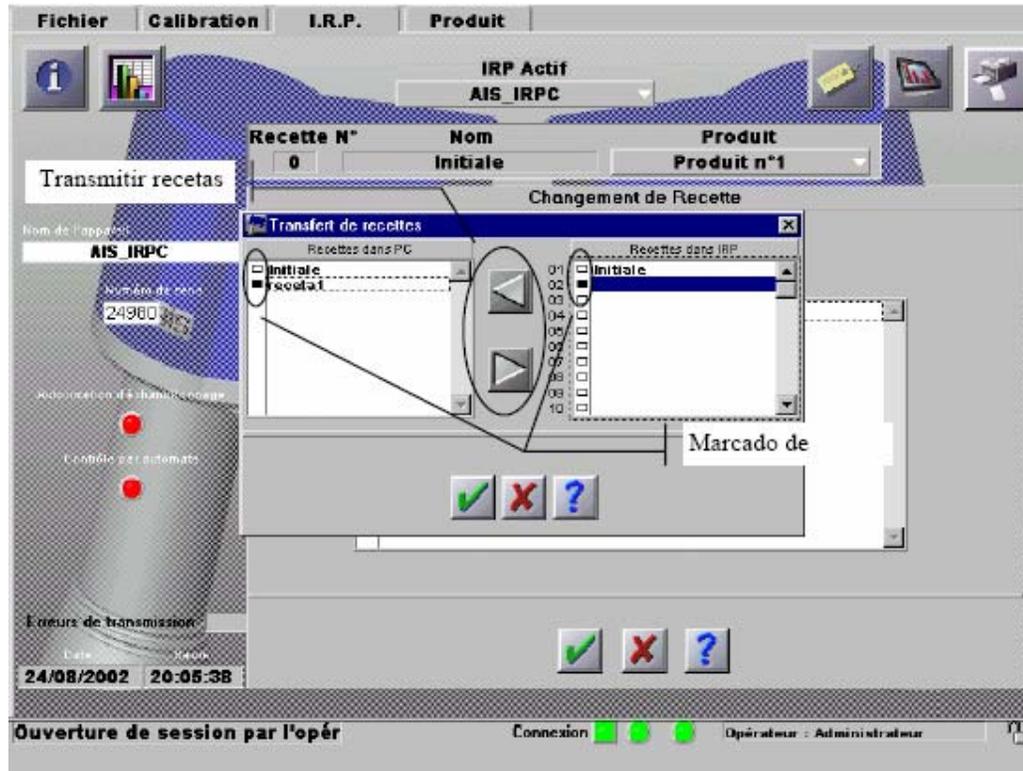
De cada receta se puede leer su nombre, producto usado, calibración usada en las vías, las consignas y los tipos de señales analógicas de salida.

Si lo que se desea es modificar una receta, se accede a , obteniéndose la siguiente pantalla:



Donde las consignas nos dan el tipo de filtro utilizado para obtener la señal de salida para la posterior lectura.

Y por último, sólo queda transmitir las recetas deseadas al sensor. Para ello se utiliza , que nos da paso a:



Para transmitir una receta del PC al sensor IRP, o al revés, lo primero es marcar la receta que se va a transferir y la posición a la que va. Después se transfiere según se desee, y por último se acepta.

4.3.4 - Irregularidades del entorno.

Este software da muchos fallos durante el trabajo; a continuación se detallan los más importantes:

- No se puede cambiar el idioma del programa.
- Ningún tipo de ayuda sobre el programa está activa.
- Cuando se transmite una receta al sensor, ésta aparece con su nombre real. Sólo si la receta está activa aparecerá con el nombre de *Initiale* en el próximo ajuste del sensor, de lo contrario se perderá si no se almacena en el ordenador.
- Todos los listados, ya sean de muestras o recetas, no soportan más entradas que las aparecidas en la pantalla. Esto quiere decir que no se puede subir o bajar el listado para ver las entradas ocultas. Este punto es el que más problemas origina, ya que no se pueden introducir los valores de las medidas en su correspondiente muestra.

Con motivo de este último punto, si se quieren introducir más de 25 muestras, hay que introducir una serie de cambios en el proceso de calibración.

Antes de comentar los cambios introducidos, se debe saber la composición del directorio “IRP 5 Filters” del software de trabajo:

- Calibration
 - Courbes_0.bin
 - Etalonnage_0.bin
- Configuration
 - Irp.bin
 - Logiciel.ini
 - Operateur.cfg
 - Texte.fr
 - Texte.gb
- Echantillons
 - Echantillons_0.prn
 - Produits_0.bin
 - Temporaire_0.prn
- Recette
 - Recettes.txt
 - Recettes_0.bin
 - Recettes_-1.bin
 - IRP.exe
 - Irp5f.uir
 - Journal.log
 - Sauv.bat
 - Uninst.exe
 - Uninst.lrm

Al instalar el programa se debe hacer una copia de los cuatro directorios antes de que se almacene algún dato, y guardarla en algún lugar de fácil acceso.

A continuación se realiza la toma de muestras, con un máximo de 25 muestras, anotando sus medidas. Si se quiere, se pueden crear recetas y transmitirlos. Después se vuelve a realizar una copia de los cuatro directorios, dejándola a mano.

Seguidamente se borran los cuatro directorios actuales de IRP 5 Filtres, y se copian los iniciales que no tenían dato alguno. Ahora se vuelve a realizar el proceso de toma de muestras, con un mínimo de 6 y un máximo de 25, para poder crear una receta y transmitirla. Siendo esto último, necesario para después tener la posibilidad de crear otra, pero ya con todas las muestras deseadas.

Ahora se han de copiar los datos de las muestras tomadas inicialmente e insertarlas en la base de datos actual. Para ello se deben seguir los siguientes pasos:

1. Salir del programa IRP.
2. Abrir el archivo `\Echantillons\Echantillons_o.prn` de la primera toma de muestras con el *Bloc de Notas*.
3. Abrir el archivo `\Echantillons\Echantillons_o.prn` de la segunda toma de muestras con el *Bloc de Notas*.
4. Insertar el contenido del primero (fecha anterior) al comienzo del segundo (fecha posterior). Comprobar que los cinco números

- almacenados a continuación de la hora de la muestra deben ser iguales para todas las muestras. Grabar el archivo.
5. Abrir el archivo \Echantillons\Produits_0.bin de la primera toma de muestras con el Bloc de Notas.
 6. Abrir el archivo \Echantillons\Produits_0.bin de la segunda toma de muestras con el Bloc de Notas.
 7. Insertar el contenido del primero sin las tres primeras líneas, al comienzo del listado del segundo.
 8. Después se ha de continuar la numeración de las muestras insertadas, empezando por 000,001,..., hasta el final.
 9. Poner el número total de muestras (n° última muestra+1) a continuación de “*nb echantillon:*”. Grabar el archivo.

Una vez realizado este proceso se puede ejecutar el programa y comprobar que todas las muestras están grabadas correctamente y el software no da problemas. Ahora se está listo para crear las recetas con todas las muestras almacenadas y realizar la calibración del sensor.

4.3.5 - Calibraciones empleadas y problemas detectados.

4.3.5.1 - Procedimiento.

Para la calibración que se realizó en este proyecto, se observó que el sensor de salida tomaba distintas medidas si la cinta de salida del trómel de secado se encontraba en funcionamiento o parada. En otras ocasiones se habían realizado mezclas de arena manualmente que se iban colocando bajo el sensor, variando la humedad dentro de un rango deseado. Pero dada la importancia de la precisión en la medida para el modelado del sistema, se optó por obtener las muestras con el secadero en marcha, variando los parámetros de entrada.

Los parámetros que se variaron fueron la humedad de entrada y el flujo de combustible. El rango en el que se manejaron estas variables fue el siguiente:

- Humedad de entrada:
 - Mín. → Sin suministro de agua en el humidificador.
 - Máx. → 5 % de humedad.
- Flujo de combustible:
 - Mín. → Quemador apagado.
 - Máx. → 2 seg. Según el marcador del SCADA.

En el caso de la humedad de entrada, se comprobó que con humedades mayores al 5% se producían atascos en el secadero, tanto en el tornillo de retorno vertical como en la salida de cada tolva y el tornillo de salida de éstas, debido a que la arena se apelmaza y bloquea el paso.

Un atasco de este tipo requería perder un día de trabajo en eliminarlo, subiendo al secadero con una vara que se introducía por la parte superior de la tolva para remover la arena y golpeando el tornillo de salida de la tolva con un martillo de goma. En muchos casos hay que esperar a que se vacíe la tolva entera para poder acceder a la salida de ésta desde el interior.

En el caso del flujo de combustible no se recomienda aumentarlo por encima de los 2 seg. , ya que el termostato que se encuentra junto al quemador entra en la zona roja de peligro.



Figura 4.6 - Detalle del quemador

Como se ha visto en los principios de funcionamiento de los sensores NIR, éstos son muy susceptibles a cambios en la temperatura y a la radiación externa. Aunque el sensor no dispone de la cubierta con visera original, a la planta se le proporcionó un techo que la protege de la lluvia, la cual propicia atascos. Este techado también proporciona sombra a la zona del sensor de salida a partir del mediodía, por lo que los ensayos para calibrar el sensor se deberían de realizar a partir de las 12. Así se mitigaría la influencia de la radiación externa, o por lo menos que sea constante.



Figura 4.7 - Techado de la planta

La influencia de la temperatura se intenta neutralizar desarrollando los ensayos en horas en las que la temperatura fuese lo más constante posible. Por ejemplo, en igualdad de condiciones, un ensayo realizado a las diez de la mañana respecto a otro hecho a las 4 de la tarde en el mes de junio aportará valores muy diferentes.

La forma de intentar aunar estos dos criterios es realizar los ensayos entre las doce del mediodía y las cinco de la tarde. Se comprobó que ensayos realizados en diferentes días con condiciones climatológicas similares aportaban valores parecidos.

4.3.5.2 - Muestras.

A lo largo del proyecto hubo que realizar dos calibraciones del sensor de humedad de salida. La primera de ellas se realizó siguiendo los pasos anteriormente descritos con el software “IRP 5 Filters”, y los valores que se obtuvieron con la balanza de precisión (valores considerados como reales) fueron:

Nº DE MUESTRA	VALOR REAL
1	0,2
2	0,23
3	0,24
4	0,22
5	0,26
6	0,28
7	0,31
8	0,35
9	0,39
10	0,42
11	0,39
12	0,42
13	0,46
14	0,53
15	0,61
16	0,58
17	0,64
18	0,81
19	0,75
20	0,8
21	0,83

Tabla 4.2 - Valores calibración sensor salida

Después de realizar esta calibración se comenzó a trabajar con el secadero en su totalidad, ajustando todos los demás dispositivos, y transcurrido este tiempo se observó que el sensor se había descalibrado.

Lo que ocurre es que conforme van pasando los días la medida del sensor se va alejando de la real, de forma que a las tres semanas de haberlo calibrado los valores proporcionados ya no son admisibles. Por ello se recomienda dejar la calibración de este sensor como último paso antes de comenzar a trabajar con el secadero, y realizar todos los ensayos necesarios en el menor tiempo posible. Es necesario realizar alguna comprobación conforme van pasando los días, para comprobar el estado de la medida, y si es necesario realizar de nuevo todo el proceso de calibración.

En este caso, el problema se observó durante la realización de los ensayos, por lo que hubo que desechar los datos obtenidos hasta el momento y realizar una nueva calibración.

Ya que habían comenzado los ensayos, se conocían los valores de humedad de salida entorno a los cuales se iba a trabajar, por lo que los valores elegidos para la calibración estuvieron más centrados como se observa en la siguiente tabla:

Nº DE MUESTRA	VALOR REAL
1	0,31
2	0,26
3	0,25
4	0,27
5	0,24
6	0,26
7	0,25
8	0,23
9	0,23
10	0,21
11	0,22
12	0,29
13	0,27

Tabla 4.3 - Valores 2ª calibración sensor salida

Con esta última calibración se realizaron los ensayos de toma de muestras que se desarrollan en el capítulo de modelado.