

CALIBRACIÓN DE ANALIZADORES DE CO₂

Todos los instrumentos de medición de gases requieren un método de calibración o de verificación. Existen varios procedimientos para calibrar un analizador de CO₂. El método más sencillo es la calibración con un gas patrón, que consiste en inyectar CO₂ puro en la membrana del sensor a una presión conocida. Este método es perfecto si la muestra analizada es un gas. No obstante, si la muestra analizada es un líquido, se puede percibir una leve desviación respecto al valor real: a pesar de que el sensor de CO₂ mide la presión parcial de CO₂ en los líquidos, la presencia del líquido puede tener algún efecto en la temperatura de la membrana sensible y en el acceso de las moléculas de CO₂ a la membrana. En la práctica, las mediciones de CO₂ del líquido indicarán una reducción del 1 o del 2 % del nivel de CO₂ respecto al valor esperado después de una calibración de fase gaseosa. Un modo de evitar este problema consiste en calibrar en la fase líquida. Por este motivo, HACH ha desarrollado los kits de calibración de CO₂ ORBISPHERE.

Kits de calibración de CO₂ ORBISPHERE

El objetivo de este kit es ofrecer al usuario final un método de calibración de líquidos exacto y fácil de utilizar. En una botella de precisión de PET se mezcla una cantidad conocida y exacta de polvo de bicarbonato de sodio con una solución diluida preparada de ácido cítrico para proporcionar una cantidad definida y exacta de dióxido de carbono en el líquido. Durante el proceso de calibración, esta solución puede ponerse en circulación a través de la cámara de flujo de un sensor de conductividad térmica.

La dosis de polvo de bicarbonato de sodio se vierte a un vial de plástico con una repetibilidad superior al 0,3 %. Los productos acabados se controlan por medio de métodos estadísticos; de este modo, pueden garantizarse el peso promedio y la desviación estándar de los lotes. El contenido líquido también se controla con minuciosidad, ya que los productos químicos se suministran listos para usar. Se ha demostrado que las botellas de precisión de PET, utilizadas para la preparación de la muestra test, presentan una variabilidad en el volumen inferior al 0,1 % durante las comprobaciones de calidad. Este hecho se debe fundamentalmente al uso de un único molde.

También se ha medido y tenido en cuenta el coeficiente de expansión con temperatura y presión. La combinación de los elementos anteriores dará lugar a una muestra test trazable con una exactitud única de +/-0,5 %. Esta condición es aceptable para calibrar o verificar nuestro analizador con una exactitud especificada del 1 %.



La mayor parte de los analizadores de CO₂, incluido el Orbisphere, mide la presión parcial del CO₂. Dado que la solubilidad del CO₂ es diferente en agua pura y en una solución de citrato de sodio, se debe aplicar algún factor de corrección al cálculo teórico.

Hach ha medido la solubilidad del CO₂ en la solución de calibración final con temperaturas diferentes y ha calculado tablas de corrección para diferentes ajustes del analizador (patente pendiente).

Las tablas de calibración se suministrarán con el kit básico y en ellas se indica a los usuarios, en función de los ajustes del analizador, qué números deben introducir en los instrumentos durante la calibración o qué valor deben leer en la pantalla durante la verificación.

Ejemplo:

| Seleccione la columna en función de los ajustes de la unidad del instrumento. | | | |
|---|-------------|----------------|-----------------------|
| Temp. (°C) | V/V en agua | V/V en cerveza | V/V en bebida de cola |
| 6 | 3,353 | 3,149 | 3,266 |
| 8 | 3,332 | 3,151 | 3,275 |
| 10 | 3,310 | 3,150 | 3,284 |
| 12 | 3,289 | 3,145 | 3,292 |
| 14 | 3,268 | 3,137 | 3,300 |
| 16 | 3,248 | 3,126 | 3,307 |
| 18 | 3,227 | 3,112 | 3,313 |
| 20 | 3,207 | 3,096 | 3,318 |
| 22 | 3,187 | 3,076 | 3,321 |
| 24 | 3,167 | 3,054 | 3,323 |
| 26 | 3,147 | 3,029 | 3,323 |
| 28 | 3,127 | 3,002 | 3,320 |
| 30 | 3,108 | 2,973 | 3,315 |
| 32 | 3,088 | 2,942 | 3,308 |
| 34 | 3,069 | 2,908 | 3,298 |
| 36 | 3,050 | 2,873 | 3,286 |
| 38 | 3,031 | 2,836 | 3,271 |
| 40 | 3,012 | 2,798 | 3,252 |

En el líquido de citrato de sodio a 25 °C (77 °F), la concentración de CO₂, calculada a partir de las cantidades conocidas de productos químicos, y los volúmenes serán de 3,038 V/V o de 5,861 g/kg (presión de equilibrio: pCO₂ = 4,208 bar).

En el caso de un analizador configurado para medir el CO₂ en cerveza, la concentración correspondiente a esta presión a la misma temperatura será de 3,042 V/V.

Si el instrumento está configurado para calibrar el CO₂ en agua, el valor será de 3,157 V/V y de 3,323 V/V en el caso de las unidades de bebida de cola.

Cómo utilizar el kit de calibración:

Se dispone de dos kits con 2 niveles de carbonatación: un "kit básico", que contiene todos los elementos necesarios (incluida la botella de calibración) para preparar 10 muestras, y un "kit de recambio", que incluye 10 muestras de repuesto (sin botella).

Pasos de la preparación:

- El ácido cítrico diluido se vierte en la botella de calibración.
- Se mide la temperatura de forma aproximada (el efecto de la temperatura no es muy crítico, por lo que un error de 2 °C en la temperatura no generará un error superior al 0,5 % en la concentración de CO₂). En la tabla se incluyen incrementos de temperatura de 2 °C; por este motivo, una interpolación lineal amplia entre estos valores reducirá más el error.
- La pieza del adaptador se enrosca en la botella de calibración y el vial de bicarbonato se inserta con suavidad a través del adaptador; hay que asegurarse de que el vial flota en el líquido.
- A continuación, la botella se cierra bien. Llegados a este punto, la botella puede invertirse y agitarse enérgicamente. El objetivo es garantizar que no queda polvo de bicarbonato en el vial.
- Una vez hecho esto, la botella puede dejarse sobre una mesa durante 3 o más minutos (si se agita de forma intermitente, se aceleraría el proceso). Cuando se disuelve todo el polvo, la botella puede sacudirse 2 o 3 veces, justo antes de usarla.
- La muestra de calibración debe utilizarse el mismo día en el que se prepara, preferiblemente durante la primera hora. Con frecuencia se ha observado una pérdida de CO₂ de aproximadamente un 1 % al día.

Los ajustes del analizador deben identificarse con claridad a fin de utilizar la columna adecuada de la tabla de conversiones.

Como ocurre con otras muestras, el proceso de perforación es crítico para que la medición sea fiable.

Antes de la perforación, debemos asegurarnos de que la presión del gas de forzado es superior a la presión de la muestra (dependerá de la temperatura: presión de forzado de aproximadamente 5 bares a 25 °C). Asimismo, debemos comprobar que la salida de la cámara de flujo está cerrada. Durante la perforación, asegúrese de que no hay fugas alrededor de la aguja ni desgasificación en la botella. Si una burbuja estalla en la botella en ese momento, no intente calibrar el analizador. En su lugar, prepare otra muestra de calibración.



Componentes del sistema:

| Modelo | Descripción |
|--------------|---|
| 32313 | Calibración de CO ₂ : kit básico, rango alto. Botella de calibración + adaptador + reactivos del modelo 32314. |
| 32314 | Kit de recambio. Rango alto. Reactivos para preparar una disolución de referencia para calibrar analizadores de CO ₂ . Carbonatación alta de 3 a 8 g/kg. |
| 32315 | Calibración de CO ₂ : kit básico, rango bajo. Botella de calibración + adaptador + reactivos del modelo 32316. |
| 32316 | Kit de recambio. Rango bajo. Reactivos para preparar una disolución de referencia para calibrar analizadores de CO ₂ . Carbonatación baja de 0 a 3 g/kg. |