



DEPARTAMENTO DE
INGENIERÍA ELÉCTRICA
UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN

DESARROLLO DE UN SENSOR DOAS UV PARA EL MONITOREO DE LA CONCENTRACIÓN DE DIÓXIDO DE AZUFRE EN UN REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO.

POR

Yamira Javiera Sufan Molina

Memoria de Título presentada a la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Concepción
para optar al título profesional de Ingeniero Civil en Telecomunicaciones.

Profesor Guía:

Francisco Germán Pérez Venegas

Concepción,
14 de diciembre de 2025

© 2025 Yamira Javiera Sufan Molina

© 2025 Yamira Javiera Sufan Molina

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento.

Resumen

La preocupación global por el impacto ambiental de las emisiones industriales ha impulsado el desarrollo de nuevas tecnologías de monitoreo de gases contaminantes. Entre estos, el dióxido de azufre (SO_2) es especialmente relevante debido a sus efectos nocivos sobre la salud humana y su contribución a fenómenos como la lluvia ácida. En procesos metalúrgicos, particularmente en la fusión de concentrado de cobre, el SO_2 se genera en altas concentraciones y su correcta medición resulta fundamental tanto para el control operacional como para el cumplimiento de normativas ambientales. Actualmente, el seguimiento de este gas en plantas industriales suele realizarse mediante instrumentación compleja o equipos de alto costo, lo que motiva la búsqueda de soluciones alternativas basadas en técnicas ópticas.

Este proyecto presenta el desarrollo e implementación de un sistema experimental para la medición en línea de SO_2 utilizando espectroscopía de absorción óptica diferencial en el ultravioleta (DOAS). El sistema se compone de una fuente de luz UV basada en LEDs, una celda de medición de 30 cm, una fibra óptica de acoplamiento y un espectrómetro HR4000 de Ocean Optics conectado a un computador. Se diseñó un algoritmo en MATLAB para adquirir espectros en tiempo real, calcular absorbancia y estimar concentración de gas aplicando la ley de Lambert–Beer. El diseño del sensor y del algoritmo fue validado experimentalmente mediante tres etapas: pruebas preliminares con colorantes líquidos, una prueba funcional en un reactor de lecho fluidizado y ensayos controlados con cilindros presurizados de SO_2 .

Los resultados demostraron que el sistema es capaz de detectar cambios en la concentración del gas, evidenciando la atenuación progresiva del espectro UV conforme aumenta la presencia de SO_2 . Sin embargo, se observó saturación óptica en concentraciones superiores al 20%, debido a que el trayecto óptico de 30 cm

resultó excesivo para el rango de medición, provocando una absorción total de luz. Adicionalmente, se comprobó que la sección transversal del SO_2 varía con la longitud de onda, lo que limita la aplicación directa del modelo teórico de Lambert–Beer. Para corregir estas discrepancias, se implementó un modelo empírico basado en interpolación utilizando datos de calibración con concentraciones conocidas, mejorando significativamente la correspondencia entre los valores medidos y los reales. Los experimentos realizados permiten concluir que el sistema DOAS desarrollado es funcional y sensible para la detección de SO_2 , validando el principio de medición óptica en tiempo real. Si bien el sistema no alcanzó precisión cuantitativa en todo el rango de interés, establece una base sólida para futuras mejoras en el diseño óptico y en el procesamiento espectral.

Abstract

The global concern regarding the environmental impact of industrial emissions has driven the development of new technologies for monitoring atmospheric pollutants. Among these, sulfur dioxide (SO_2) is particularly relevant due to its harmful effects on human health and its contribution to acid rain. In copper smelting processes, high concentrations of SO_2 are released, making its measurement crucial for operational control and environmental compliance. Traditional monitoring systems often rely on complex or high-cost equipment, motivating the exploration of alternative optical approaches.

This project presents the development and implementation of an experimental system for real-time measurement of SO_2 using ultraviolet Differential Optical Absorption Spectroscopy (DOAS). The system consists of a UV LED light source, a 30 cm gas measurement cell, a coupling optical fiber, and a spectrometer connected to a computer. A MATLAB algorithm was developed to acquire spectra in real time, compute absorbance, and estimate gas concentration based on the Lambert–Beer law. The sensor and processing algorithm were experimentally validated in three stages: preliminary liquid-phase tests, a functional test on a fluidized-bed reactor, and controlled tests using pressurized cylinders of SO_2 .

Experimental results showed that the system successfully detected variations in SO_2 concentration, evidenced by a progressive attenuation of the UV spectrum as gas concentration increased. However, optical saturation occurred at concentrations above 20 %, due to the excessive 30 cm optical path length, leading to total light absorption. Furthermore, it was confirmed that the molecular absorption cross-section of SO_2 varies with wavelength, limiting the direct application of the theoretical Lambert–Beer model. To address these discrepancies, a nonlinear empirical interpolation model was

implemented using calibration data, yielding a better agreement between measured and real concentrations. The results validate the functionality and sensitivity of the developed DOAS system for real-time detection of SO_2 . Although quantitative accuracy was not achieved across the full concentration range, the work establishes a solid foundation for future improvements in optical design and spectral processing, advancing toward a robust and low-cost sensor for industrial environmental monitoring applications.

Agradecimientos

En primer lugar, agradezco profundamente a mi profesor guía, Francisco Germán Pérez Venegas, por su constante apoyo, dedicación y orientación durante el desarrollo de este proyecto de memoria. Su disposición para resolver dudas, guiarme en cada etapa del trabajo y entregarme retroalimentación oportuna fueron fundamentales para el término de este proyecto.

Extiendo también mi agradecimiento a todos los profesores de la carrera de Ingeniería Civil en Telecomunicaciones de la Universidad de Concepción, quienes a lo largo de estos años me entregaron conocimientos y herramientas que me permitieron crecer tanto profesional como personalmente.

A la Planta de Metalurgia de la Universidad de Concepción, agradezco por permitirme realizar mi práctica profesional y facilitar el desarrollo de este proyecto en sus instalaciones. A todas las personas que allí me brindaron apoyo técnico y logístico, muchas gracias por la disposición, por orientarme cuando lo necesité y por recibir este proyecto.

A mi familia, base fundamental de mi vida: a mi madre Ingrid Molina Cheuquepán y a mi padre Nayib Sufan Contreras. Gracias por inculcarme desde niña los valores de la responsabilidad, el esfuerzo y la perseverancia. Gracias por creer en mí incluso en los momentos en que yo dudaba, por las llamadas, por los abrazos, por las palabras precisas en los días difíciles y por recordarme siempre quién soy y hacia dónde voy. A mis hermanos, Nacira Sufan Molina y Nayib Sufan Molina, quienes han sido una red de apoyo incondicional. Gracias por acompañarme durante toda mi trayectoria universitaria y en cada etapa de mi vida. Su compañía, humor y cariño han sido siempre mi refugio.

A mi tía Marcia Molina, a mi tío Víctor Ferreira y a mis primas Violeta Ferreira

Molina y Rayen Ferreira Molina, gracias por brindarme alojamiento y compañía en mis primeros años en la universidad. Su apoyo hizo más llevadera la adaptación a esta etapa de independencia, y los valores de generosidad y cariño que me entregaron me acompañarán siempre.

A mi pareja, mi mejor amigo y futuro esposo, Claudio Salinas Ortiz. Gracias por ser mi compañero incondicional en cada etapa de este camino. Por sostenerme en mis días de cansancio y duda, por celebrar conmigo cada pequeño logro. Gracias por escuchar con paciencia cada idea, cada avance y cada frustración de este proyecto. Tu compañía ha sido el mayor regalo de estos años: gracias por tu amor, por tu apoyo constante, por compartir conmigo la vida, los sueños y ahora la hermosa espera de nuestro futuro hijo/a. Sin ti, este logro no tendría el mismo sentido.

A mis compañeros de universidad, con quienes compartí clases, laboratorios, desvelos y aprendizajes. Gracias por hacer que este camino fuese más llevadero, por compartir el estrés propio de la universidad y también por los momentos de alegría que hicieron esta etapa inolvidable.

A mis amigas de Los Ángeles, que pese a la distancia siempre se mantuvieron presentes. Gracias por las conversaciones, el cariño, el apoyo y la compañía constante durante estos años importantes de mi vida.

A mi futuro/a hijo/a, quien se ha transformado en una profunda motivación para culminar esta etapa. Gracias por recordarme cada día que todo esfuerzo vale la pena.

Finalmente, quiero dedicar un reconocimiento especial a mi mascota Níspero, quien ya no está físicamente conmigo. Su compañía, cariño y presencia fueron un apoyo silencioso e invaluable durante toda mi vida universitaria. Gracias por acompañarme en mis noches de estudio y por alegrar mis días.

A todos quienes formaron parte de este proceso, directa o indirectamente: gracias. Culmino esta memoria con un profundo sentimiento de gratitud, reconociendo que cada logro, cada aprendizaje y cada paso en este camino fue posible gracias a ustedes.

Índice General

Resumen	I
Abstract	III
Agradecimientos	v
Índice de Figuras	IX
Índice de Tablas	XI
1. Introducción	1
1.1. Trabajos previos	2
1.1.1. Artículos científicos	2
1.1.2. Tesis de grado o memorias de título	3
1.1.3. Libros o capítulos	3
1.1.4. Normas y leyes	4
1.1.5. Discusión	4
1.2. Definición del problema	5
1.3. Objetivos	6
1.3.1. Objetivo general	6
1.3.2. Objetivos específicos	6
1.4. Metodología	6
1.5. Alcances y limitaciones	9
1.5.1. Alcances	9
1.5.2. Limitaciones	10
2. Marco Teórico	12
2.1. Introducción	12

2.2.	Definiciones de conceptos clave	14
2.3.	Modelos y formulaciones matemáticas	20
2.3.1.	Modelo teórico basado en el flujo y moles	20
2.3.2.	Modelo empírico basado en interpolación	21
2.4.	Estado del arte	21
2.5.	Metodologías relevantes	22
2.5.1.	Justificación del enfoque	23
3.	Desarrollo	25
3.1.	Introducción	25
3.2.	Diseño	25
3.3.	Desarrollo del algoritmo	32
3.4.	Evaluación del sistema	35
3.4.1.	Prueba de validación teórica de absorción UV con colorantes . .	35
3.4.2.	Prueba en reactor de lecho fluidizado	38
3.4.3.	Pruebas controladas con concentraciones conocidas (galones de gas)	40
3.5.	Caracterización del desempeño del sistema	43
4.	Resultados	45
4.1.	Introducción	45
4.2.	Prueba de validación teórica de absorción UV con colorantes	46
4.3.	Prueba en reactor de lecho fluidizado	47
4.4.	Pruebas controladas con concentraciones conocidas (galones de gas) . .	48
4.4.1.	Primera prueba con galones de gas	49
4.4.2.	Segunda prueba con galones de gas	50
4.4.3.	Ajuste teórico mediante interpolación empírica	52
4.5.	Discusión técnica	55
5.	Conclusiones	58
5.1.	Sumario	58
5.2.	Conclusión	59
5.3.	Trabajo a Futuro	61
	Bibliografía	64

Índice de Figuras

2.1. Rangos de radiación electromagnética.	14
2.2. Espectro de luz.	15
2.3. Representación del principio físico del DOAS.	17
3.1. Fuente regulable de voltaje y corriente.	26
3.2. LED UV individual, utilizado en la prueba del reactor.	27
3.3. Tubo cilíndrico de 30 cm.	28
3.4. Placa de 10 LEDs UV.	28
3.5. Ventana óptica de protección.	29
3.6. Fibra óptica QP400-2-UV/VIS.	30
3.7. Espectrómetro HR4000, utilizado en últimas pruebas.	31
3.8. Espectrómetro STS-UV mini, utilizado en primeras pruebas.	31
3.9. Diseño del montaje a utilizar.	32
3.10. Diagrama de bloques para el Algoritmo de cálculo.	34
3.11. Soporte del recipiente con el líquido, entre dos fibras.	37
3.12. Montaje prueba de validación teórica de absorción UV con colorante.	38
3.13. Montaje para la prueba experimental en el reactor de lecho fluidizado.	40
3.14. Montaje para la primera prueba experimental utilizando galones.	42
3.15. Montaje para la segunda prueba experimental utilizando galones.	43
4.1. Gráfico absorbancia vs concentración (tsp).	46
4.2. Gráfico tiempo vs concentración para la prueba en reactor de lecho fluidizado.	47
4.3. Gráfico de los resultados para las primeras pruebas con galones.	49
4.4. Gráfico de los resultados para las segundas pruebas con galones.	50

4.5. Ajuste exponencial de concentración en función de absorbancia utilizando datos de la segunda prueba con galones	53
4.6. Modelo aplicado a datos de Prueba 1	54
4.7. Modelo aplicado a datos de Prueba 2	55

Índice de Tablas

2.1. Tabla de rangos y peaks de absorción para diversos gases.	18
4.1. Comparación de concentraciones en la primera prueba con galones .	49
4.2. Comparación de concentraciones en la segunda prueba con galones .	51
4.3. Comparación del modelo empírico en la primera prueba con galones .	54
4.4. Comparación del modelo empírico en la segunda prueba con galones .	55

Siglas

λ Longitud de onda

σ Sección transversal de absorción

c Concentración del gas

I Intensidad actual (espectro medido con gas)

I_0 Intensidad de referencia (espectro base sin gas)

L Longitud del camino óptico

A Absorbancia

Cu Cobre

Cu₂O Óxido de cobre (I)

Cu₂S Sulfuro de cobre (I)

Cuasi-real Tiempo cuasi-real (con retardo mínimo)

DOAS Espectroscopía de Absorción Óptica Diferencial (Differential Optical Absorption Spectroscopy)

FIR Infrarrojo Lejano (Far-Infrared)

IR Infrarrojo (Infrared)

LED Diodo Emisor de Luz (Light Emitting Diode)

MIR Infrarrojo Medio (Mid-Infrared)

N₂ Nitrógeno molecular

NIR Infrarrojo Cercano (Near-Infrared)

nm Nanómetro(s)

O₂ Oxígeno molecular

O₃ Ozono

SCD Densidad de columna del gas (Slant Column Density)

SO₂ Dióxido de azufre

UV Ultravioleta

Capítulo 1

Introducción

El dióxido de azufre (SO_2) es uno de los principales contaminantes atmosféricos generados por la actividad industrial, especialmente en procesos de combustión y fundición de minerales sulfurados. Su presencia en la atmósfera se asocia directamente con la formación de aerosoles de sulfato y la lluvia ácida, fenómenos que deterioran ecosistemas, afectan la calidad del aire y provocan daños a la salud humana. Debido a ello, el monitoreo continuo y preciso de este gas se ha convertido en una prioridad tanto ambiental como industrial.

Durante la pirometalurgia del cobre y otros procesos de alta temperatura, el azufre contenido en los minerales se oxida, liberando grandes cantidades de SO_2 . Controlar estas emisiones no solo es esencial para cumplir con las normativas ambientales vigentes, sino también para optimizar la eficiencia de los procesos metalúrgicos. Por esta razón, diversas técnicas de medición se han desarrollado para cuantificar el dióxido de azufre en diferentes entornos. Entre ellas destacan los métodos electroquímicos, la espectroscopia infrarroja (IR), la espectroscopia ultravioleta (UV) y la espectroscopia de absorción óptica diferencial (DOAS).

La técnica DOAS se ha consolidado como una de las herramientas más efectivas para la detección y cuantificación de gases como el SO_2 . Su principio se basa en la absorción selectiva que presentan ciertos gases en rangos específicos del espectro electromagnético, permitiendo determinar su concentración a partir de la variación en la intensidad de la luz transmitida. A diferencia de otros métodos, el sistema DOAS puede operar de manera remota, ofrece alta sensibilidad en el rango ultravioleta (UV)

y puede implementarse en condiciones industriales complejas, lo que lo hace ideal para el monitoreo de procesos metalúrgicos.

En este trabajo se desarrolla un sensor DOAS UV destinado al monitoreo de dióxido de azufre en un reactor de lecho fluidizado, y así evaluar su desempeño en condiciones de operación reales. El sistema propuesto combina elementos ópticos y electrónicos diseñados para resistir el entorno industrial, junto con herramientas de procesamiento y análisis de espectros implementadas en MATLAB. A través de esta investigación se busca demostrar la viabilidad de un sistema compacto y preciso para la medición de SO_2 en procesos metalúrgicos, contribuyendo así al control ambiental y a la optimización del proceso de fundición del cobre.

1.1. Trabajos previos

El desarrollo de técnicas ópticas para la detección remota de gases ha adquirido gran relevancia desde la segunda mitad del siglo XX, impulsado por la necesidad de monitoreo ambiental, control industrial y vigilancia de emisiones. Entre estas técnicas, la Espectroscopía de Absorción Óptica Diferencial (DOAS) ha sobresalido debido a su capacidad para identificar especies gaseosas a partir de sus firmas espectrales en el rango ultravioleta-visible, tales como dióxido de azufre (SO_2), dióxido de nitrógeno (NO_2) y ozono (O_3).

1.1.1. Artículos científicos

Los fundamentos teóricos y experimentales de la técnica DOAS fueron establecidos por Ulrich Platt y colaboradores, quienes desarrollaron su aplicación para mediciones atmosféricas en los años 70 y 80. Su formalización instrumental y el tratamiento matemático de los espectros diferenciales aparecen documentados en su libro [1].

El método ha evolucionado hacia aplicaciones más complejas desarrollando un análisis cuantitativo multicomponente capaz de separar señales superpuestas de SO_2 , NO y NO_2 en el rango UV, demostrando la capacidad de DOAS para operar en ambientes industriales reales.[2] [3]

Otras investigaciones han generado bases de datos experimentales de secciones transversales del SO_2 bajo distintas condiciones de temperatura [4] [5]. Esto ha permitido mejorar la exactitud del cálculo de absorbancia espectral y fundamenta el uso de librerías de referencia en DOAS.

En cuanto a aplicaciones reales, DOAS ha sido implementado tanto en volcanología como en monitoreo industrial. [6] Se desarrolló un mini-espectrómetro UV para medición remota de flujos de SO_2 en volcanes, como también utilizaron un sistema DOAS pasivo para medir emisiones industriales directamente desde chimeneas.[7]

Además, introdujeron un sistema basado en cámara UV con corrección automática de aerosoles y NO_2 , abriendo paso a técnicas ópticas para monitoreo en tiempo real sin necesidad de espectrómetro.[8]

1.1.2. Tesis de grado o memorias de título

En el ámbito académico, la tesis doctoral de Fuentes [9] constituye un aporte fundamental en la implementación de instrumentación óptica para monitoreo DOAS, describiendo experimentalmente la ley de Lambert–Beer y su aplicación en mediciones remotas. Del mismo modo, Arellano [10] desarrolló un sistema DOAS para cuantificar flujo de SO_2 en gases volcánicos, validando la técnica en entornos con alta variabilidad ambiental.

1.1.3. Libros o capítulos

Platt y Stutz publicaron una de las referencias más completas respecto a la técnica DOAS [1], abarcando fundamentos teóricos, propagación óptica, análisis de espectros diferenciales, selección de secciones transversales y errores instrumentales. Asimismo, el capítulo de Platt en la *Encyclopedia of Analytical Chemistry* [11] presenta una síntesis actualizada de los principios y configuraciones experimentales utilizadas en DOAS. Material docente reciente, como el de Richter [12], fortalece la formación académica en el tratamiento de espectros y técnicas numéricas utilizadas en procesamiento DOAS.

1.1.4. Normas y leyes

El dióxido de azufre (SO_2) es un contaminante atmosférico regulado debido a sus efectos en la salud y el medio ambiente. En Chile, la norma vigente está establecida por el Decreto Supremo N° 104, de 2018, del Ministerio del Medio Ambiente, que fija la Norma Primaria de Calidad del Aire para SO_2 [13]. Esta regulación refuerza la necesidad de tecnologías de monitoreo confiables y en tiempo real en entornos industriales.

1.1.5. Discusión

La revisión bibliográfica muestra que la técnica DOAS ha evolucionado significativamente desde sus fundamentos teóricos [1] hacia aplicaciones reales en ambientes complejos. Los avances recientes incluyen la separación de señales multicomponente de gases como SO_2 , NO y NO_2 mediante el uso de espectros UV de alta resolución [2], así como la medición precisa de las secciones transversales diferenciales del SO_2 , las cuales varían con la longitud de onda y con la temperatura [3, 4, 5]. Estos estudios evidencian que utilizar un valor constante de sección transversal, como se hace comúnmente en implementaciones simplificadas de Lambert–Beer, puede conducir a errores significativos en la estimación de concentraciones.

Asimismo, en términos de implementación práctica, los sistemas DOAS existentes se han utilizado con éxito en entornos volcánicos [6, 10] e industriales [7]. Sin embargo, la mayoría de estas configuraciones requieren trayectorias ópticas extensas, uso de telescopios o instalación en puntos elevados, lo que dificulta su adopción directa en entornos de producción. Incluso soluciones más recientes, como el uso de cámaras UV para monitoreo continuo de emisiones [8], si bien permiten mayor portabilidad, siguen operando desde la línea de vista externa, sin intervenir directamente en el proceso industrial.

Por otra parte, estudios complementarios mediante modelamiento numérico, como los realizados sobre reactores y calderas de lecho fluidizado [14], demuestran que la distribución espacial del gas dentro del ducto es altamente dependiente de la dinámica de flujo. Esto refuerza la necesidad de que los sensores ópticos midan directamente en línea de proceso y no mediante extracción de muestras, ya que el comportamiento del flujo podría modificar la concentración real observada.

Considerando estas limitaciones, se identifica una brecha tecnológica: no existe actualmente un sistema DOAS compacto que pueda instalarse directamente en un ducto industrial para medir SO_2 en línea y en tiempo real sin requerir trayectorias ópticas extensas, ni depender de cámaras externas. Este vacío justifica el desarrollo del presente proyecto, orientado a diseñar un sensor DOAS UV integrado en el propio ducto del reactor de lecho fluidizado, reduciendo la complejidad óptica y permitiendo obtener mediciones directas y sincronizadas con el proceso productivo.

1.2. Definición del problema

El SO_2 es uno de los principales subproductos gaseosos generados durante los procesos de fundición de cobre, especialmente en reactores de lecho fluidizado. Su emisión no solo representa un riesgo ambiental debido a su toxicidad y capacidad de generar lluvia ácida, sino que también tiene un impacto directo sobre la eficiencia del proceso metalúrgico, ya que su concentración puede ser indicativa de la cantidad de azufre presente en el mineral tratado.

Actualmente, las técnicas empleadas para monitorear el SO_2 en entornos industriales suelen basarse en métodos de extracción de muestra o en sistemas complejos y costosos que dificultan su integración directa sobre los ductos de gases. Estos enfoques presentan limitaciones significativas: no permiten la medición continua en línea, implican demoras en la obtención de datos, exigen altos niveles de mantenimiento, y comprometen la representatividad de las mediciones por posibles pérdidas o reacciones del gas durante la extracción.

Adicionalmente, si bien la tecnología DOAS ha demostrado ser una técnica efectiva para la detección remota de gases atmosféricos, su aplicación en ambientes industriales sigue enfrentando desafíos técnicos, como la adecuación del montaje óptico, la calibración precisa del sistema, y la interpretación correcta de los espectros.

En este contexto, surge la necesidad de desarrollar un sistema de medición tipo DOAS UV, compacto que permita determinar en tiempo real la concentración de SO_2 directamente en el ducto de gases, sin extracción de muestra. Este desarrollo busca resolver las deficiencias de las tecnologías actuales, aportar una solución más eficiente y automatizable, y generar datos confiables para el control de procesos y el cumplimiento

de normativas ambientales.

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo general

El objetivo general de este proyecto es desarrollar un sistema de medición que permita seguir en línea la concentración del SO_2 que se evacua en la operación de un horno reactor de lecho fluidizado durante la fusión de concentrado de cobre.

1.3.2. Objetivos específicos

1. Diseñar un sensor físico para el reactor de lecho fluidizado:

Definir y construir un diseño funcional que integre la cámara de gases del lecho fluidizado con los componentes ópticos necesarios para la medición de SO_2 .

2. Desarrollar un algoritmo de cálculo para la medición de SO_2 :

Implementar un modelo matemático y computacional basado en espectroscopía de absorción UV, que permita procesar y analizar las señales obtenidas, garantizando la precisión en la determinación de concentraciones de SO_2 .

3. Evaluar el sistema mediante pruebas controladas de calibración:

Establecer un procedimiento de calibración del espectro base previo a cada prueba, asegurando la correcta aplicación de la ley de Lambert-Beer.

4. Caracterizar el desempeño del sensor en un entorno controlado:

Evaluar experimentalmente el sistema en condiciones simuladas, determinando su capacidad para medir SO_2 en tiempo real.

1.4. Metodología

A continuación se describe la metodología utilizada para cumplir cada uno de los objetivos específicos planteados:

OE1: Diseñar un sensor físico para el reactor de lecho fluidizado

1. **Revisión teórica y antecedentes** Investigar el principio de funcionamiento de la técnica DOAS aplicada a la detección de SO_2 . Analizar la ley de Lambert-Beer y las bandas de absorción características del SO_2 . Determinar los requerimientos ópticos del sistema, incluyendo el tipo de espectrómetro, fibra óptica y fuente de luz adecuados.
2. **Revisión y análisis de los componentes disponibles** Evaluar los elementos ópticos y mecánicos disponibles, como el tubo metálico de 30 cm con válvulas superiores, la fibra óptica QP400-2-UV/VIS, y la ventana óptica UVFS VPW42-A.
3. **Selección de espectrómetro** Seleccionar un espectrómetro que cubra el rango UV requerido para la medición de SO_2 (290-310nm) y que ofrezca una señal estable para mediciones precisas.
4. **Evaluación y selección de la fuente de luz UV** Seleccionar una fuente de luz UV en el rango de interés (290-310nm).
5. **Montaje del sistema** Montar los elementos al tubo, conectar el espectrómetro al computador y configurar el sistema para captura espectros, asegurando la trazabilidad de los datos para análisis posterior.

OE2: Desarrollar un algoritmo de cálculo para la medición de SO_2

1. **Estudio del principio físico y base teórica del cálculo** Analizar en profundidad la ley de Lambert-Beer y su aplicación a la espectroscopía de absorción UV. Identificar la relación entre absorbancia, concentración, longitud de camino óptico y sección transversal del gas. Despejar algebraicamente la expresión para calcular la concentración de SO_2 a partir del espectro de referencia (sin gas) y el espectro medido (con gas).
2. **Configuración del software de adquisición de datos** Instalar y configurar el software correspondiente al espectrómetro seleccionado y establecer los parámetros de adquisición para guardar espectros de forma automática cada 1 segundo.
3. **Diseño del flujo de lectura en tiempo real** Programar un script en el software

que seleccione, en este caso MATLAB, que monitoree continuamente la carpeta de adquisición de datos configurada anteriormente.

4. **Modelo matemático** Leer y procesar los espectros capturados aplicando la fórmula de absorbancia. Calcular la concentración de SO_2 en tiempo real aplicando la ley de Lambert-Beer, utilizando un valor estimado de sección transversal y longitud de camino óptico. Visualizar, en una primera figura, la evolución espectral de los datos (longitud de onda vs intensidad) y, en una segunda figura, graficar la concentración de SO_2 estimada a lo largo del tiempo (concentración vs tiempo).
5. **Validación del modelo** Ejecutar pruebas preliminares para validar el flujo de datos, lectura de archivos, cálculos y graficos funcionen de forma sincronizada.

OE3: Evaluar el sistema mediante pruebas controladas de calibración

1. **Preparación del entorno experimental** Disponer el montaje del sistema en un entorno estable y libre de interferencias externas. Asegurar que no se modifique la posición de la lámpara ni de la fibra óptica durante toda la secuencia de adquisición. Encender la fuente de luz UV y permitir que se estabilice térmica mente antes de capturar cualquier espectro.
2. **Captura del espectro base** Capturar el espectro de referencia (sin gas presente) cuando la lámpara haya alcanzado estabilidad. Guardar dicho espectro en una carpeta específica, destinada exclusivamente a contener el espectro base.
3. **Ingreso del espectro base al código** Leer manualmente el archivo del espectro base desde el código antes de cada sesión de pruebas, de modo que se utilice como referencia fija para el cálculo de concentración de SO_2 en todas las mediciones siguientes.
4. **Evaluar la respuesta del sistema** Analizar el comportamiento del sistema con respecto a la variación temporal y la estabilidad de la medición. Comprobar la respuesta del sistema frente a condiciones de control conocidas, identificando si el cálculo de concentración se mantiene en niveles bajos cuando no hay gas presente.

OE4: Caracterizar el desempeño del sensor en un entorno controlado

1. **Validación básica del sistema en entorno controlado** Ejecutar pruebas

iniciales en un entorno controlado que permitan observar el comportamiento espectral ante concentraciones conocidas, con el objetivo de validar el funcionamiento general del sistema, verificar la respuesta del código de adquisición y cálculo.

2. **Preparación del sistema para pruebas con gases reales** Conectar cilindros presurizados de SO_2 y N_2 a un sistema de mezcla controlado que permita establecer concentraciones específicas de SO_2 . Conducir la mezcla hacia el tubo de medición a través de válvulas de entrada y salida. Antes de cada prueba, capturar manualmente un espectro base con la fuente de luz encendida y sin circulación de gas.
3. **Adquisición de datos en tiempo real durante las pruebas** Ejecutar el código en paralelo al software de adquisición de datos y graficar en tiempo real la concentración estimada de SO_2 . Visualizar tanto el espectro actual como la evolución temporal de la concentración.
4. **Procesamiento offline posterior a las pruebas** Analizar los archivos de espectros guardados para realizar un cálculo offline de las concentraciones. Evaluar los resultados obtenidos con versiones corregidas del código.
5. **Corrección iterativa del código y mejora del sistema** Realizar ajustes sucesivos en el código a partir del análisis post-prueba. Modificar aspectos del cálculo de absorbancia, tratamiento de datos, interpolaciones o visualización según sea necesario para mejorar la precisión y estabilidad del sistema.
6. **Caracterización final del sistema desarrollado** Caracterizar el error relativo entre el cálculo basado en la ley de Lambert-Beer y el método por interpolación.

1.5. Alcances y limitaciones

1.5.1. Alcances

Este trabajo abarca el diseño, desarrollo y evaluación experimental de un sistema óptico basado en DOAS UV, orientado a la medición en tiempo cuasi-real de la concentración de SO_2 en un entorno controlado. Se abordan tanto los aspectos físicos del sensor como

la implementación de un algoritmo computacional para el cálculo de la concentración a partir de datos espectrales.

Como resultado, se espera entregar un sistema funcional que permita estimar concentraciones de SO_2 mediante la aplicación de la ley de Lambert-Beer, con validación experimental utilizando mezclas controladas de SO_2 y N_2 . Además, se incluye una comparación con una alternativa basada en interpolación.

El desarrollo y evaluación del sistema se realiza bajo condiciones controladas de laboratorio, la validez del modelo y los resultados está acotada a este tipo de condiciones experimentales.

Si bien este sistema tiene como motivación su eventual aplicación en entornos industriales, particularmente en el monitoreo de emisiones en procesos de fundición de cobre, la presente memoria se limita al desarrollo y caracterización del sistema en fase de laboratorio. La implementación directa en el reactor de lecho fluidizado o en ambientes industriales reales se proyecta como una etapa futura de continuidad del proyecto.

1.5.2. Limitaciones

A lo largo del desarrollo de este trabajo, se han identificado diversas limitaciones que condicionan el alcance y la interpretación de los resultados obtenidos. Estas restricciones son tanto de carácter técnico como metodológico, y están asociadas principalmente a la aplicación práctica de la técnica DOAS en un entorno experimental reducido, así como a la interpretación de sus fundamentos teóricos.

En primer lugar, una de las limitaciones más significativas estuvo relacionada con la aplicación de la ley de Lambert-Beer. Inicialmente, la sección transversal de absorción del dióxido de azufre (σ_{SO_2}) fue considerada como un valor escalar fijo, cuando en realidad corresponde a un espectro característico. La técnica DOAS requiere comparar el espectro de absorción medido con un espectro de referencia de sección transversal para identificar las estructuras de absorción diferenciales. Sin embargo, los espectros obtenidos experimentalmente mostraban una atenuación generalizada de la señal sin la presencia de dichas estructuras diferenciales, lo cual impidió aplicar correctamente la técnica DOAS.

Una posible causa de este problema fue la saturación del sistema óptico, es decir, una atenuación excesiva de la luz transmitida al atravesar la mezcla de gases. Esto pudo deberse a un desajuste entre el camino óptico utilizado (30 cm) y las concentraciones de SO_2 que se busca evaluar, las cuales se encontraban en un rango elevado (porcentaje). En sistemas DOAS convencionales, las concentraciones típicas de análisis se encuentran en niveles de trazas (ppm), lo que permite observar claramente las estructuras espectrales asociadas a la absorción molecular. En cambio, al trabajar con porcentajes elevados, el nivel de absorción fue tan alto que posiblemente se generó una pérdida total de señal útil, impidiendo identificar las bandas diferenciales características del gas.

Adicionalmente, el diseño del sistema experimental no permitió un control fino sobre los flujos de gas, debido a las limitaciones impuestas por los rotámetros disponibles. Esto dificultó la posibilidad de trabajar con flujos bajos debido a las concentraciones que se buscaron utilizar.

Otra limitación importante fue la elección de una fuente de luz basada en LEDs UV, los cuales presentan una emisión divergente y un espectro de banda ancha. Si bien esta decisión respondió a criterios de disponibilidad y simplicidad, también introdujo dificultades en la colimación del haz y en el control de la intensidad espectral. Esto, junto con posibles errores de alineación óptica y pérdidas por reflexión en las superficies internas del montaje, pudo contribuir a una reducción en la relación señal/ruido y a una mayor incertidumbre en los valores medidos.

Por último, los resultados obtenidos, incluyendo las calibraciones empíricas y los modelos de interpolación utilizados, deben considerarse válidos únicamente bajo las condiciones específicas del sistema construido y del entorno experimental. La extrapolación de estos resultados a otras configuraciones, longitudes de camino óptico o niveles de concentración requeriría un rediseño del sistema y una reevaluación metodológica, por lo que su generalización debe hacerse con precaución.

Capítulo 2

Marco Teórico

2.1. Introducción

El presente capítulo establece los fundamentos teóricos que sustentan el desarrollo de un sistema de medición óptica para la detección de dióxido de azufre (SO_2) en entornos industriales. A través de una revisión de conceptos clave en óptica, espectroscopía y procesos metalúrgicos, se busca proporcionar al lector una base sólida para comprender tanto el principio de funcionamiento de la técnica DOAS (Differential Optical Absorption Spectroscopy) como su aplicación en contextos reales como el monitoreo de emisiones en la industria del cobre.

Primero, se presentan las definiciones fundamentales asociadas a la luz, el espectro electromagnético y la absorción de radiación por parte de gases, haciendo énfasis en las propiedades espectrales del SO_2 en el rango ultravioleta. Posteriormente, se aborda el principio físico de la ley de Lambert-Beer, su formulación matemática y el rol crucial de la sección transversal de absorción en el cálculo de concentraciones. Se discuten también los desafíos técnicos asociados a la implementación experimental de esta ley en condiciones no ideales.

Luego, se introducen modelos y formulaciones utilizadas para estimar la concentración de gases tanto desde un enfoque teórico, basado en parámetros físicos, como desde un enfoque empírico, mediante calibraciones experimentales. Esta dualidad metodológica permite comparar diferentes estrategias de estimación y validar el sistema desarrollado.

Además, se revisa el estado del arte de la técnica DOAS en aplicaciones reales, incluyendo su uso en el monitoreo ambiental, procesos industriales y detección de emisiones volcánicas. Estos antecedentes sirven de referencia para posicionar el presente trabajo dentro del marco de desarrollos tecnológicos recientes.

Finalmente, se exponen las metodologías específicas adoptadas en este proyecto, así como la justificación técnica del enfoque utilizado, considerando las limitaciones prácticas encontradas durante el desarrollo experimental. Esta sección permite comprender el razonamiento detrás de las decisiones tomadas y proyectar oportunidades de mejora futura.

2.2. Definiciones de conceptos clave

A continuación se presentan los conceptos fundamentales necesarios para comprender el funcionamiento del sistema DOAS UV propuesto, así como el contexto industrial donde se aplicará. Se incluyen nociones sobre óptica, espectroscopía de absorción, y el proceso de fundición de cobre, entre otros.

1. Propiedades de la luz y el espectro electromagnético

La luz es una onda electromagnética que se puede caracterizar por su longitud de onda (λ). El espectro electromagnético abarca un amplio rango de frecuencias, desde las ondas de radio (con longitudes de onda del orden de metros) hasta los rayos gamma (con longitudes de onda de fracciones de nanómetro).

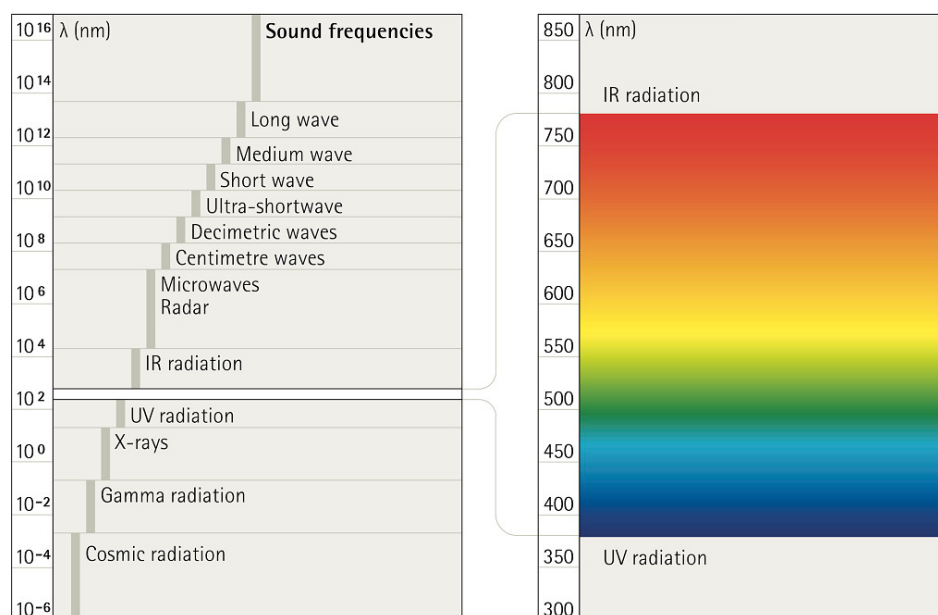


Fig. 2.1: Rangos de radiación electromagnética.

Las principales regiones del espectro electromagnético relevantes para este trabajo son:

- Radiación ultravioleta (UV):
 - UVA(315-400nm): Es la forma menos energética de radiación UV, cercana al espectro visible. Penetra profundamente en la piel humana

y no es absorbida por la capa de ozono.

- UVB(280-315nm): Tiene más energía y es parcialmente filtrada por la capa de ozono. Es responsable de quemaduras solares y ciertos tipos de daño celular.
- UVC(100-280nm): Es la más energética y potencialmente la más peligrosa. Es completamente absorbida por la atmósfera terrestre.
- Región visible (400-700nm): Es la porción del espectro que puede ser percibida por el ojo humano. Corresponde a los colores que van del violeta al rojo.
- Región infrarrojo (IR):
 - IR cercano (NIR): 700-1400nm.
 - IR medio (MIR): 1400-3000nm.
 - IR lejano (FIR): Mayor a 3000nm.

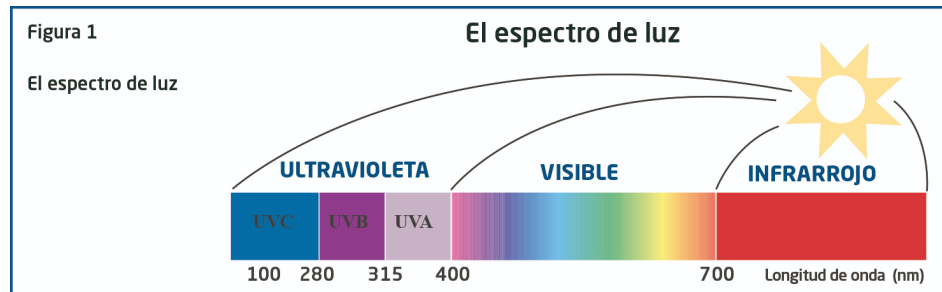


Fig. 2.2: Espectro de luz.

La radiación UV es especialmente relevante para este proyecto debido a que el SO_2 presenta una fuerte absorción en el rango UV, especialmente entre 290 y 310 nm. Esta característica permite detectar y cuantificar su presencia utilizando espectroscopía de absorción, como se explica más adelante.

En cuanto al comportamiento de la luz, es importante considerar que diferentes fuentes ópticas presentan distintas propiedades de propagación. En particular, los LEDs UV utilizados en este proyecto, aunque adecuados por su disponibilidad, presentan una dispersión significativa del haz de luz, lo que genera reflexiones

internas y pérdida de intensidad en comparación con fuentes colimadas como los láseres UV, comúnmente usados en sistemas DOAS comerciales. Esta dispersión afecta la captación eficiente por la fibra óptica y genera dificultades para obtener espectros consistentes.

2. Tecnología de espectroscopía y DOAS

La espectroscopía es el estudio de la interacción entre la radiación electromagnética y la materia. Existen diferentes tipos según el fenómeno físico que se mida (absorción, emisión, fluorescencia, dispersión, etc.). En este proyecto se utiliza la espectroscopía de absorción, y específicamente, el método DOAS (Differential Optical Absorption Spectroscopy).

El método DOAS permite detectar y cuantificar gases midiendo la disminución de la intensidad de la luz en ciertas longitudes de onda características de cada especie gaseosa. Cada molécula tiene una huella espectral única, formada por un conjunto de bandas o picos de absorción, que pueden identificarse dentro del espectro electromagnético.

El principio fundamental se basa en la comparación entre un espectro de referencia (obtenido sin gas absorbente, conocido como $I_0(\lambda)$) y un espectro medido (con el gas presente, $I(\lambda)$). La diferencia entre ambos espectros revela las regiones donde el gas ha absorbido radiación, permitiendo calcular su concentración mediante la ley de Lambert–Beer.

A diferencia de la espectroscopía de absorción convencional, el método DOAS se centra en las variaciones diferenciales de absorción, es decir, en los cambios rápidos y específicos del espectro asociados únicamente al gas de interés. Esto permite eliminar efectos externos como la dispersión de la luz, las pérdidas por reflexión o las interferencias del polvo, quedando solo la señal espectral característica del gas.

En términos prácticos, el sistema DOAS consiste en una fuente de luz (UV o visible) que emite radiación a través de una cámara o trayecto donde se encuentra el gas a analizar. La radiación transmitida es recogida y dirigida hacia un espectrómetro que separa las longitudes de onda mediante una rejilla de difracción. El detector interno registra la intensidad de la luz para cada longitud de onda y

envía los datos a un computador, donde se calcula la absorbancia y finalmente la concentración del gas.

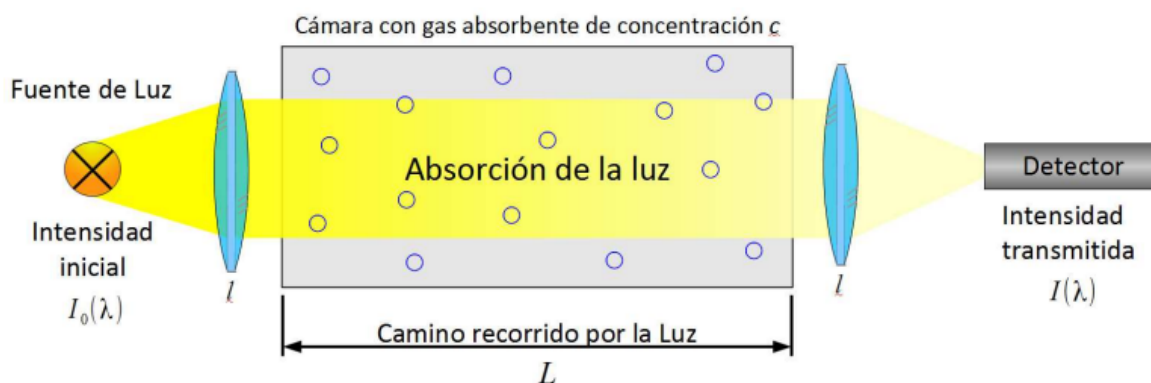


Fig. 2.3: Representación del principio físico del DOAS.

3. Ley de Lambert-Beer y sección transversal (σ)

La ley de Lambert-Beer describe cómo la intensidad de la luz disminuye al atravesar una sustancia absorbente. La sección transversal es un parámetro crucial que representa la probabilidad de que una molécula absorba un fotón en una longitud de onda específica. Este valor se obtiene experimentalmente y está documentado en bibliografía científica, como el libro de referencia de Platt. A continuación, se presenta una tabla de rangos y peaks de diversos gases:

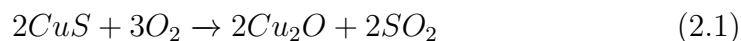
Gas	Rango de absorción	Peak de absorción
SO ₂	200-230 nm	210 nm
	290-310 nm	300 nm
SO ₃	200-320 nm	200-220 nm
AS ₂ O ₃	190-230 nm	210-220 nm
MOO ₃	250-500 nm	300-350 nm
H ₂ O	130-200 nm	140-150 nm
H ₂ S	190-260 nm	200-220 nm
O ₂	130-175 nm	135-175 nm
	200-245 nm	200-245 nm
N ₂	100-150 nm	130 nm
CS ₂	320-340 nm	330 nm
NO	200-230 nm	213 nm
NO ₂	330-500 nm	360 nm
NO ₃	600-670 nm	630 nm
NH ₃	200-230 nm	210 nm
HNO ₂	330-380 nm	350 nm
O ₃	300-330 nm	310 nm
CH ₂ O	300-360 nm	340 nm
ClO	260-300 nm	280 nm
OCIO	300-440 nm	360 nm
BrO	300-360 nm	325 nm
OBrO	400-600 nm	500 nm
I ₂	500-630 nm	520 nm
IO	400-470 nm	430 nm
OIO	480-600 nm	540 nm

Tabla 2.1: Tabla de rangos y peaks de absorción para diversos gases.

4. Emisión de SO_2 en la industria metalúrgica del cobre

El proceso de obtención del cobre a partir de minerales sulfurados, como la calcopirita ($CuFeS_2$), incluye varias etapas industriales clave que permiten concentrar y purificar el metal. Estas etapas son:

- Trituración y molienda: El mineral extraído se reduce de tamaño para liberar las partículas de cobre.
- Concentración por flotación: Se separan los minerales de cobre de la ganga (material sin valor comercial) mediante procesos fisicoquímicos, obteniendo un concentrado con alto contenido de sulfuros de cobre.
- Fusión: El concentrado se somete a altas temperaturas para fundir los minerales. Aquí se obtiene una fase metálica (mata) rica en sulfuros y una fase escoria compuesta por impurezas.
- Conversión: En esta etapa, la mata es oxidada para eliminar el azufre en forma de SO_2 y obtener cobre blister. Las reacciones principales son:



- Refinación: El cobre blister (con aproximadamente 98-99% de pureza) se purifica mediante procesos pirometalúrgicos o electrolíticos hasta alcanzar una pureza superior al 99.9%.

La mayor emisión de SO_2 ocurre en la etapa de conversión, en convertidores tipo flash. El control de estas emisiones es crucial desde el punto de vista ambiental y operacional, ya que su concentración está directamente relacionada con la eficiencia del proceso.

2.3. Modelos y formulaciones matemáticas

El modelo matemático utilizado para estimar la concentración de SO_2 se basa en dos enfoques complementarios: un modelo teórico, que utiliza la Ley de Lambert-Beer y propiedades físico-químicas del sistema gaseoso, y un modelo empírico, que se apoya en una calibración experimental mediante interpolación.

Ambos métodos parten del análisis del espectro de absorción obtenido con el sensor, específicamente en el rango entre 290 y 310 nm. A partir de los datos espectrales se calcula la absorbancia y luego se integra, lo que representa la cantidad total de moléculas absorbentes a lo largo del trayecto óptico.

2.3.1. Modelo teórico basado en el flujo y moles

Este modelo se basa en la Ley de Lambert-Beer, que establece que la absorbancia es proporcional a la concentración de la sustancia, a la sección transversal de absorción y a la longitud del trayecto óptico. La fórmula general es:

$$A = \log_{10}\left(\frac{I_0}{I}\right) = \sigma \cdot c \cdot L \quad (2.3)$$

Donde:

- A es la absorbancia.
- I_0 es la intensidad de la luz sin el gas (espectro base).
- I es la intensidad de la luz con el gas presente.
- σ es la sección transversal de absorción ($cm^2/molécula$).
- c es la concentración del gas ($molécula/cm^3$).
- L es la longitud del camino óptico (cm).

Despejando la fórmula para poder calcular la concentración del gas queda:

$$c = \frac{A}{\sigma \cdot L} = \frac{I_0}{\sigma \cdot L} \left[\frac{1}{I} - 1 \right] \quad (2.4)$$

Esta concentración numérica se transforma en concentración molar utilizando el número de Avogadro. Con esa concentración molar, se puede estimar la fracción molar. Finalmente, se realiza la transformación fracción a porcentaje y nos da como resultado el porcentaje de SO_2 .

2.3.2. Modelo empírico basado en interpolación

De forma complementaria, se busca utilizar un método empírico para calcular el porcentaje del gas de interés, basado en una calibración realizada con mezclas de concentración conocidas. Para cada mezcla se mide la absorbancia en el rango correspondiente y se construye una gráfica de absorbancia vs porcentaje.

A partir de estos datos, se ajustó una función que permite representar la relación entre la absorbancia y la concentración real. Esta función, obtenida por interpolación, permite estimar de manera directa la concentración a partir de una medición de absorbancia.

La función que mejor interpola los datos es de la forma:

$$\text{Concentración} = a \cdot \exp(b \cdot A) \quad (2.5)$$

2.4. Estado del arte

La técnica DOAS ha sido utilizada ampliamente en el monitoreo ambiental y control de emisiones industriales debido a su alta sensibilidad y selectividad para detectar gases como el SO_2 , N_2 , O_3 , entre otros. Su capacidad para realizar mediciones no invasivas y en tiempo real lo convierte en una herramienta ideal para sistemas de control y fiscalización ambiental.

Uno de los usos más comunes del DOAS ha sido en el monitoreo de emisiones volcánicas y de chimeneas industriales, con configuraciones tanto de trayectoria abierta como de celda de absorción cerrada.

En el contexto industrial, se ha implementado DOAS en plantas de ácido sulfúrico y fundiciones para medir la eficiencia del proceso y controlar las emisiones fugitivas. Sin embargo, estos sistemas suelen ser grandes y costosos. Además se requiere de fuentes de luz como lámparas de deuterio o xenón, comúnmente utilizadas en aplicaciones científicas e industriales, debido a su amplio espectro UV continuo, aunque requieren precauciones por su fragilidad y consumo energético.

2.5. Metodologías relevantes

En este proyecto se emplearon diversas metodologías para garantizar la correcta captura y análisis de los espectros UV en el proceso de estimación de la concentración de dióxido de azufre.

La adquisición de espectros se realizó mediante un espectrómetro conectado a una fibra óptica acoplada a la fuente de luz UV. Se capturaron espectros tanto en ausencia de gas (espectro base) como en presencia de mezclas con diferentes concentraciones de SO_2 , lo que permite realizar comparaciones mediante la Ley de Lambert-Beer.

Como parte del procesamiento, se trabajó exclusivamente en el rango de longitudes de onda entre 290 y 315 nm, dado que, según la literatura científica, en este intervalo el SO_2 presenta una absorción significativa de radiación ultravioleta.

Para estimar la concentración de SO_2 se aplicaron dos enfoques: un método teórico, basado en el cálculo de moles a partir de los flujos de gas y la sección transversal de absorción, y un método empírico, apoyado en una curva de calibración construida experimentalmente. Este segundo enfoque permitió evaluar la concordancia entre las concentraciones reales y las estimadas, así como explorar mejoras en la precisión del sistema de medición.

En el enfoque empírico, se utilizaron espectros correspondientes a concentraciones conocidas de SO_2 para obtener los valores de absorbancia. Sobre estos datos se aplicó una interpolación, generando una curva de calibración que permite predecir la concentración en nuevas mediciones. Esta metodología permitió comparar ambos enfoques, analizar sus discrepancias y validar el comportamiento del sistema en

condiciones reales de operación.

2.5.1. Justificación del enfoque

La decisión de emplear la técnica DOAS como base para el desarrollo del sensor propuesto responde a su capacidad para realizar mediciones remotas y no invasivas de gases en fase atmosférica, permitiendo así avanzar hacia un sistema de monitoreo más compacto, seguro, sostenible y con menor necesidad de mantenimiento en comparación con tecnologías tradicionales de muestreo extractivo.

El principio fundamental del DOAS se basa en la ley de Lambert-Beer, la cual describe cómo la radiación incidente se atenúa al atravesar un medio absorbente, en función de la concentración del gas y de su sección transversal de absorción espectral. Este enfoque, ampliamente utilizado en monitoreo ambiental, permite detectar gases traza a partir de sus firmas espectrales características. A diferencia de otros métodos, el DOAS no requiere contacto directo con el gas ni consumibles costosos, lo que lo convierte en una alternativa atractiva para procesos industriales que requieren robustez y autonomía operativa.

Sin embargo, en el contexto de este proyecto, el enfoque DOAS fue adaptado a un sistema experimental más simple, utilizando una fuente de luz basada en LEDs UV y un espectrómetro de resolución media. Si bien esta elección permitió construir un prototipo funcional con recursos accesibles, también introdujo una serie de limitaciones que condicionaron la aplicabilidad directa del modelo teórico. En particular, la implementación inicial asumía un valor fijo para la sección transversal del SO_2 , sin considerar que esta corresponde a un espectro diferencial dependiente de la longitud de onda, el cual debe ser comparado con los espectros medidos para detectar las estructuras de absorción propias del gas.

La falta de estas estructuras diferenciales en los espectros obtenidos, posiblemente debido a la saturación del sistema óptico causada por las altas concentraciones utilizadas y por un camino óptico relativamente largo (30 cm), impidió aplicar adecuadamente el cálculo diferencial requerido por el método DOAS. En sistemas diseñados para detección en niveles de trazas (ppm o ppb), la atenuación de la luz ocurre de forma más sutil y permite observar las ondulaciones características del espectro de absorción. En cambio,

en este caso, la señal se redujo bruscamente sin exhibir dichas estructuras, lo que limitó la viabilidad del cálculo directo de concentración mediante la ley de Lambert-Beer en su forma espectral.

Frente a esta dificultad técnica y metodológica, se optó por complementar el enfoque teórico con una estrategia empírica de calibración. Esta consistió en realizar mediciones experimentales con mezclas de SO_2 y N_2 de concentraciones conocidas, y en construir una curva de calibración basada en los valores de absorbancia integrados. A partir de estos datos, se ajustó una función matemática que permitió interpolar y estimar concentraciones desconocidas bajo las mismas condiciones experimentales. Esta metodología empírica resultó más adecuada al tipo de señal capturada por el sistema y permitió obtener una relación práctica entre absorbancia y concentración, aunque restringida a un rango específico de condiciones.

Además, se optó por realizar todo el procesamiento de forma offline, es decir, capturar los espectros con el espectrómetro y analizarlos posteriormente en MATLAB. Esta elección permitió realizar un control detallado sobre las etapas de análisis, facilitar la revisión crítica de los datos, y aplicar ajustes iterativos para mejorar la estimación de la concentración. A pesar de que esta modalidad no permite un monitoreo en tiempo real, representó una estrategia adecuada para la validación y ajuste del sistema en esta etapa de desarrollo.

En resumen, el enfoque adoptado se justifica como una adaptación pragmática de la técnica DOAS, fundamentada teóricamente pero ajustada a las restricciones técnicas y experimentales presentes. Esta decisión permitió avanzar en la construcción y validación de un prototipo funcional, identificando a su vez los elementos críticos que deben ser mejorados en futuras versiones del sistema para aplicar correctamente el método DOAS diferencial en condiciones más exigentes.

Capítulo 3

Desarrollo

3.1. Introducción

En esta sección se presenta la secuencia metodológica seguida para materializar el sensor, desde y la selección de componentes ópticos y electrónicos, hasta la implementación del algoritmo de cálculo y la validación experimental. Cada sección responde a un objetivo específico, de manera que el desarrollo técnico permita obtener una base sólida para el análisis de resultados y la caracterización del desempeño del sensor.

3.2. Diseño

El diseño del sistema DOAS UV se desarrolló con el propósito de implementar un sensor óptico capaz de cuantificar concentraciones de dióxido de azufre (SO_2) en el interior de un reactor de lecho fluidizado. Para ello, se integraron componentes ópticos, electrónicos y mecánicos en una configuración lineal y modular, que permite una alineación precisa del haz de luz ultravioleta (UV) a través de una celda de gases, garantizando una adecuada transmisión, detección y procesamiento de la señal espectral.

El sistema está compuesto por una fuente de luz UV, una celda de medición, una fibra óptica de acoplamiento, un espectrómetro y un computador para la adquisición y análisis de los datos. El principio de funcionamiento se basa en la transmisión

de un haz de radiación UV a través de la mezcla gaseosa contenida en el tubo de medición. La atenuación de la intensidad de la luz al atravesar el gas es registrada por el espectrómetro y procesada mediante la Ley de Lambert-Beer, lo que permite determinar la concentración de SO_2 presente.

Montaje del sistema físico

El núcleo del diseño corresponde a un tubo cilíndrico de acero inoxidable de 30 cm de longitud, que actúa como cámara de medición. En uno de sus extremos se instala una placa emisora de luz ultravioleta, compuesta por diez diodos emisores (LEDs UV) con un pico de emisión centrado en 310 nm.



Fig. 3.1: Fuente regulable de voltaje y corriente.



Fig. 3.2: LED UV individual, utilizado en la prueba del reactor.

Estos LEDs están montados sobre una placa metálica que actúa como disipador térmico, y son alimentados mediante una fuente de voltaje regulable capaz de suministrar hasta 30 V y limitar la corriente a 200 mA. Aunque las especificaciones nominales de los LEDs establecen un rango de operación entre 30 y 35 V, durante las pruebas experimentales se observó un funcionamiento estable y eficiente a 25.5 V, manteniendo una corriente de 200 mA y una emisión constante.



Fig. 3.3: Tubo cilíndrico de 30 cm.

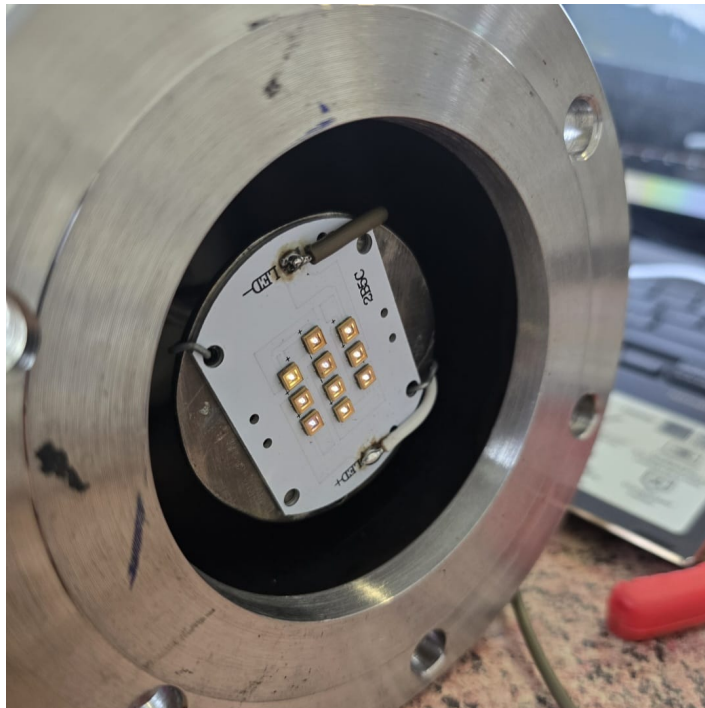


Fig. 3.4: Placa de 10 LEDs UV.

Entre la fuente emisora y el tubo principal se incorpora un segmento desmontable que permite el acceso al interior del sistema óptico. Dicho segmento puede retirarse fácilmente mediante tornillos, lo que facilita las labores de mantenimiento y limpieza. En la interfaz entre ambos módulos se instaló una ventana óptica de sílice fundida (modelo VPW42-A), seleccionada por su alta transmitancia en el rango UV (290–320 nm) y su resistencia a las condiciones adversas de temperatura y radiación. Esta ventana actúa como barrera protectora, evitando la contaminación de los componentes internos y asegurando la estabilidad óptica del sistema.

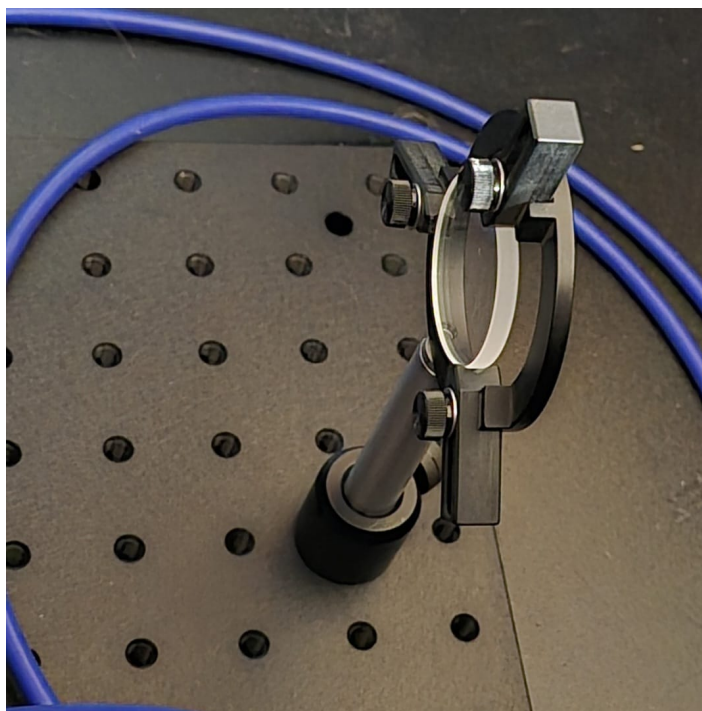


Fig. 3.5: Ventana óptica de protección.

En el extremo opuesto del tubo, una fibra óptica QP400-2-UV/VIS (Ocean Optics) se acopla mediante una rosca metálica, captando la radiación transmitida a través de la muestra gaseosa. La señal recogida es enviada al espectrómetro, también de Ocean Optics. Este equipo, compacto y robusto, permite registrar espectros con alta relación señal/ruido y realizar mediciones rápidas mediante un control digital de tiempo de integración entre 10 ms y 10 s.

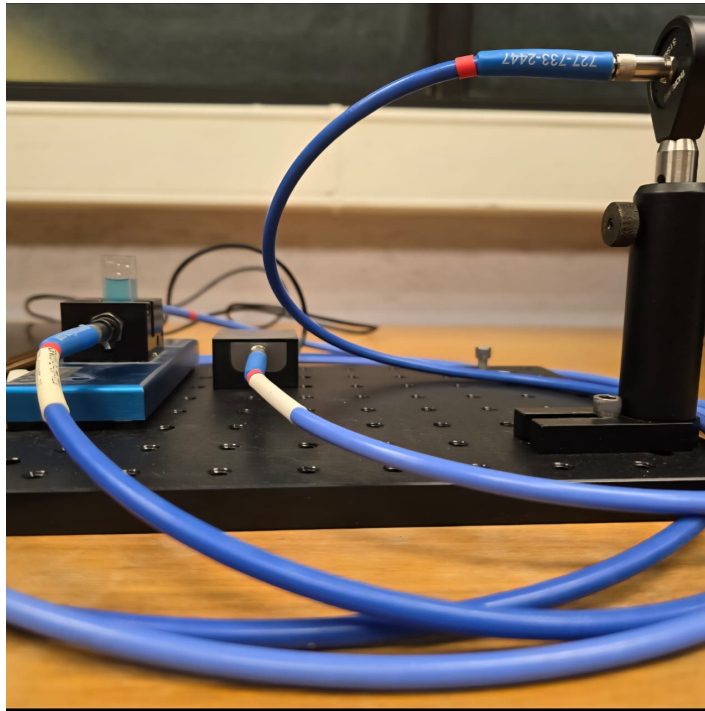


Fig. 3.6: Fibra óptica QP400-2-UV/VIS.

El espectrómetro se conecta a un computador portátil mediante un enlace USB 2.0. Este computador ejecuta el software OceanView, encargado de la adquisición de espectros, y el entorno de programación MATLAB, utilizado para el procesamiento posterior de los datos y la implementación del algoritmo de cálculo de concentración. La conexión continua entre el espectrómetro y el computador asegura una adquisición confiable y una visualización inmediata de los resultados.

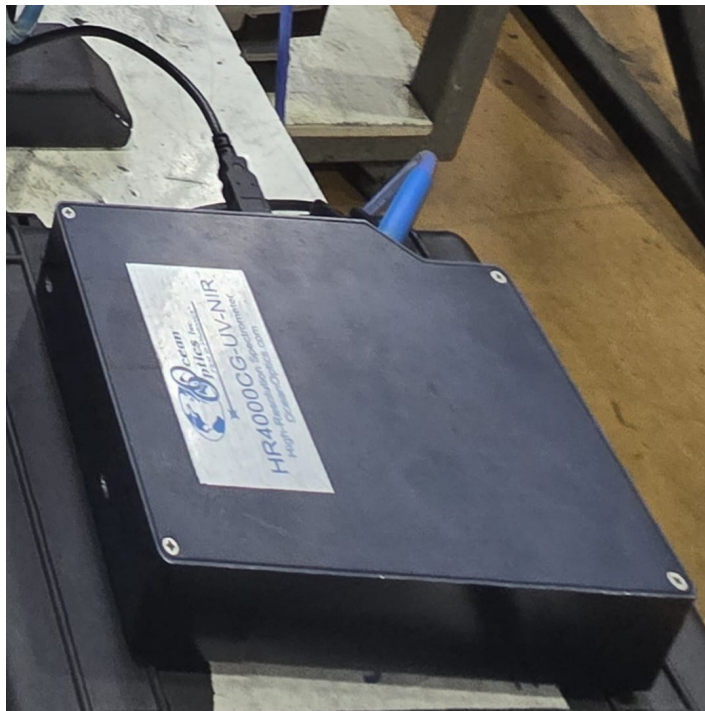


Fig. 3.7: Espectrómetro HR4000, utilizado en últimas pruebas.



Fig. 3.8: Espectrómetro STS-UV mini, utilizado en primeras pruebas.

Sistema de flujo de gases

Para las pruebas experimentales, el sistema incorpora dos cilindros presurizados: uno conteniendo dióxido de azufre (SO_2) y otro nitrógeno (N_2), este último empleado como gas diluyente. Cada cilindro cuenta con un regulador de presión y un rotámetro de alta precisión que permite ajustar los flujos individuales de cada gas. Los caudales son conducidos hacia un mezclador de gases, donde se homogenizan antes de ingresar a la celda de medición. La cámara de gases posee dos válvulas: una de entrada, por donde ingresa la mezcla gaseosa, y una de salida, conectada a un neutralizador que garantiza una operación segura.

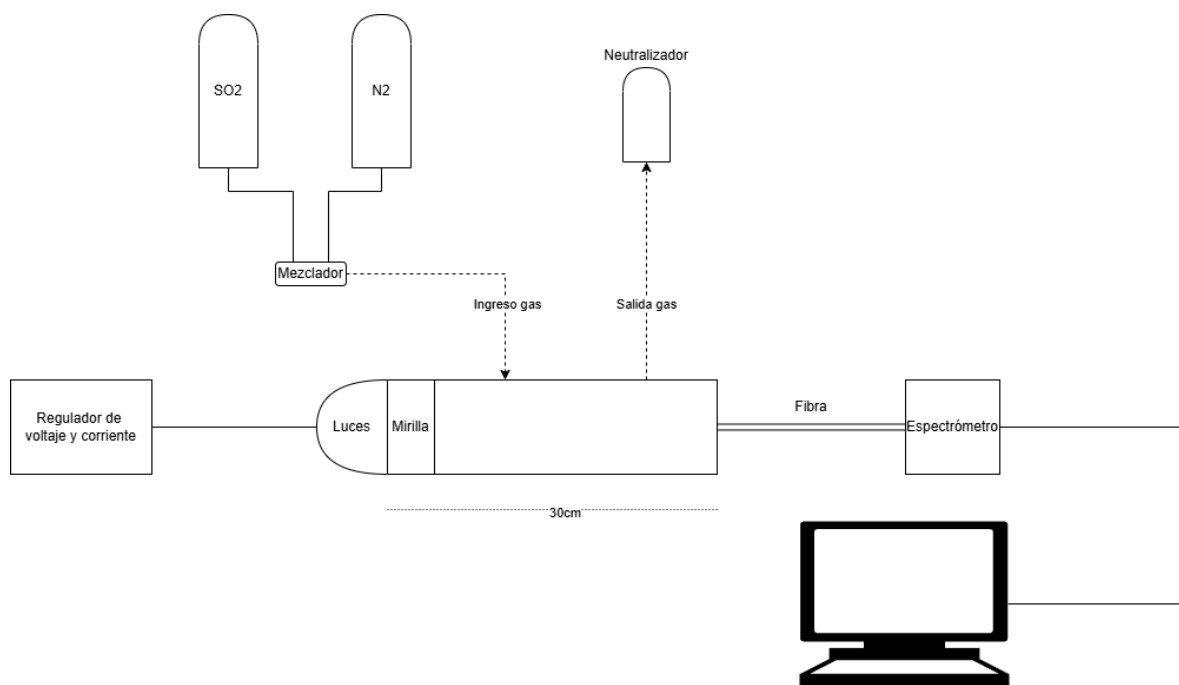


Fig. 3.9: Diseño del montaje a utilizar.

3.3. Desarrollo del algoritmo

El procesamiento y análisis de los espectros obtenidos mediante el sistema DOAS se realizó a través de un código desarrollado en MATLAB, el cual permite calcular la concentración de dióxido de azufre (SO_2) en función del tiempo utilizando los principios de la Ley de Lambert-Beer. Este algoritmo fue diseñado para operar de

manera automática y continua, procesando en tiempo real los archivos de espectros generados por el software OceanView.

El programa OceanView fue configurado para registrar un espectro cada segundo, almacenando automáticamente los archivos de texto (.txt) en una carpeta designada. Cada archivo contiene dos columnas: la primera corresponde a la longitud de onda (en nanómetros) y la segunda a la intensidad registrada (en counts). Antes de iniciar el experimento, se guarda un espectro base en condiciones de sistema limpio, es decir, sin la presencia de gases absorbentes, el cual se utiliza como referencia para el cálculo posterior de la absorbancia.

En el código de MATLAB se definen las constantes y parámetros necesarios para el cálculo, tales como el rango de absorción característico del SO_2 , el largo del camino óptico y la sección transversal de absorción del gas. A partir de estos valores, el algoritmo aplica la Ley de Lambert-Beer según la relación:

$$A = \log\left(\frac{I_0}{I}\right) = \sigma Lc$$

Durante la ejecución, el código lee de manera secuencial cada archivo generado por OceanView y calcula la absorbancia correspondiente en el rango espectral de interés. Los resultados se representan mediante dos gráficos que se actualizan continuamente:

- **Gráfica espectral:** Muestra la evolución de los espectros medidos, evidenciando cómo la intensidad disminuye a medida que aumenta la concentración de gas.
- **Gráfica de concentración vs tiempo:** Presenta el valor calculado de concentración de SO_2 en función del tiempo, permitiendo visualizar la tendencia durante todo el experimento.

Al finalizar la adquisición, el programa exporta automáticamente los resultados de la concentración a un archivo Excel y guarda una imagen (PNG) de la gráfica principal, de modo que los datos puedan ser analizados posteriormente de manera comparativa entre diferentes pruebas.

Ajuste empírico del modelo

Ante discrepancias en los resultados, se decidió realizar un ajuste empírico que permitiera corregir la relación entre la absorbancia y la concentración real del gas. Para ello, se tomaron los datos obtenidos de los experimentos controlados (donde se conocía la concentración real de SO_2) y se aplicó un proceso de interpolación para ajustar un modelo empírico que relacionara la absorbancia integrada con la concentración real.

El modelo ajustado se definió en forma exponencial según la expresión:

$$C_{real} = a \cdot e^{b \cdot A_{int}} \quad (3.1)$$

Donde a y b son coeficientes obtenidos a partir de un ajuste mediante datos experimentalmente conocidos.

Una vez determinado este modelo, se implementó en el mismo código de MATLAB, reemplazando el cálculo directo de Lambert-Beer por la ecuación empírica ajustada. Con ello se logró obtener resultados más coherentes con las concentraciones reales utilizadas en los ensayos, mejorando significativamente la precisión del sistema.

Este proceso de corrección permitió establecer un algoritmo híbrido entre el modelo teórico y la calibración empírica.

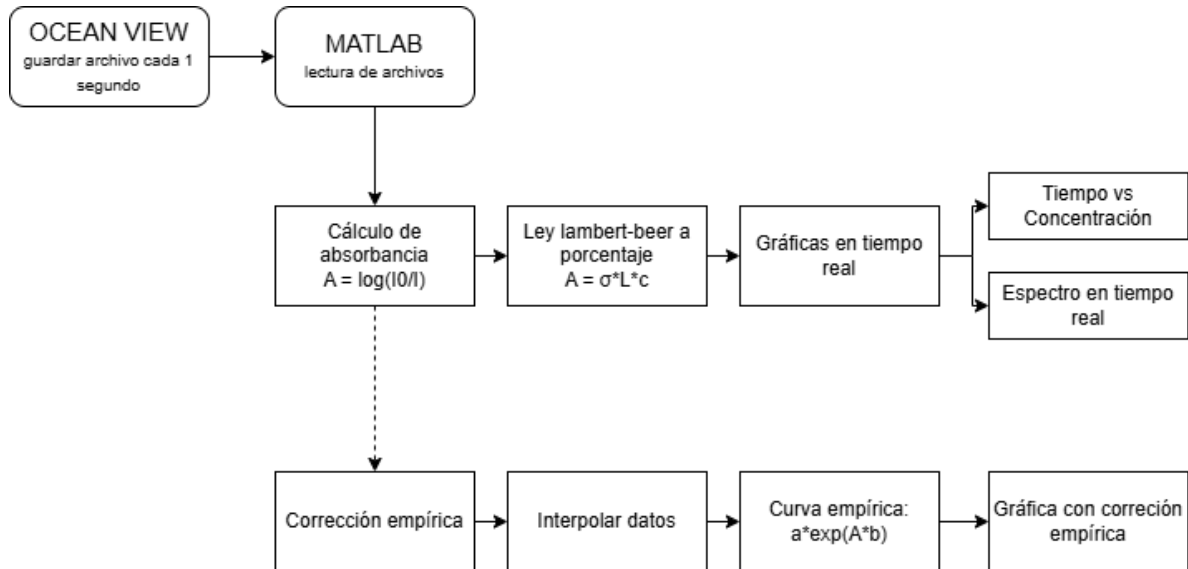


Fig. 3.10: Diagrama de bloques para el Algoritmo de cálculo.

3.4. Evaluación del sistema

La evaluación del sistema DOAS UV desarrollado se realizó a través de una serie de pruebas experimentales diseñadas para validar su funcionamiento. Estas pruebas se llevaron a cabo de forma progresiva, comenzando con experimentos de carácter teórico y de familiarización con los instrumentos, continuando con ensayos en condiciones reales dentro del reactor de lecho fluidizado, y culminando con pruebas controladas bajo concentraciones conocidas de dióxido de azufre (SO_2). El objetivo principal de esta etapa fue verificar que el sistema óptico y el algoritmo de procesamiento respondieran de manera coherente ante cambios en la concentración del gas absorbente.

3.4.1. Prueba de validación teórica de absorción UV con colorantes

Con el objetivo de adquirir un entendimiento práctico sobre la Ley de Lambert-Beer y evaluar el correcto funcionamiento del sistema de espectroscopía óptica, se llevó a cabo una prueba experimental preliminar utilizando soluciones líquidas de colorantes a distintas concentraciones. Esta actividad permitió además familiarizarse con el espectrómetro, el software OceanView y las primeras versiones del código desarrollado en MATLAB para el cálculo de concentración a partir de espectros de absorción.

Contexto y justificación

La Ley de Lambert-Beer establece que la absorbancia de una sustancia es proporcional a su concentración y a la longitud del trayecto óptico atravesado por la luz. Este principio constituye la base teórica fundamental de las mediciones cuantitativas por espectroscopía. Antes de trabajar con mezclas gaseosas de SO_2 , era esencial comprobar que el sistema de medición óptica respondiera de forma predecible ante cambios controlados en la concentración de un absorbente, asegurando así la fiabilidad de los métodos y herramientas implementadas.

Objetivo experimental

Comprobar experimentalmente la proporcionalidad entre la concentración de un colorante disuelto en agua y su absorbancia medida, en concordancia con la Ley de Lambert-Beer. Adicionalmente, validar la operación básica del espectrómetro, ajustar parámetros de adquisición y verificar el procesamiento correcto de los datos mediante el algoritmo desarrollado en MATLAB.

Montaje y procedimiento experimental

El montaje consistió en una fuente de luz UV-Life con emisión centrada alrededor de 380 nm, un recipiente transparente que contenía las soluciones y una fibra óptica QP400-2-UV/VIS acoplada al espectrómetro. La luz transmitida a través del líquido era registrada mediante el software OceanView, configurado para capturar y almacenar los espectros para su posterior análisis.

El procedimiento comenzó con la medición de un espectro base (recipiente vacío) y un espectro con agua pura, a modo de referencia. Luego se prepararon soluciones acuosas con distintas concentraciones de colorante (0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, y 3 cucharaditas por volumen fijo de agua). Cada muestra fue agitada y alineada cuidadosamente para mantener la reproducibilidad de las mediciones.

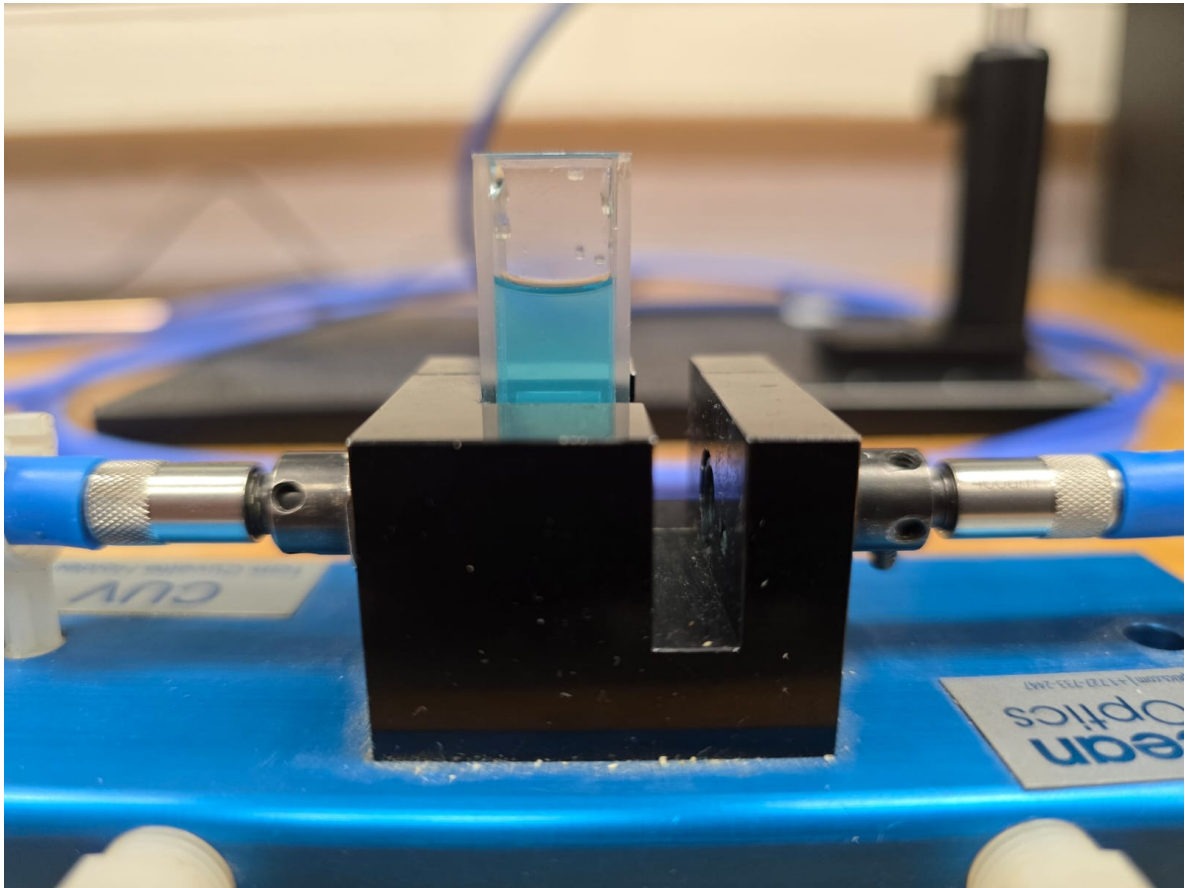


Fig. 3.11: Soporte del recipiente con el líquido, entre dos fibras.

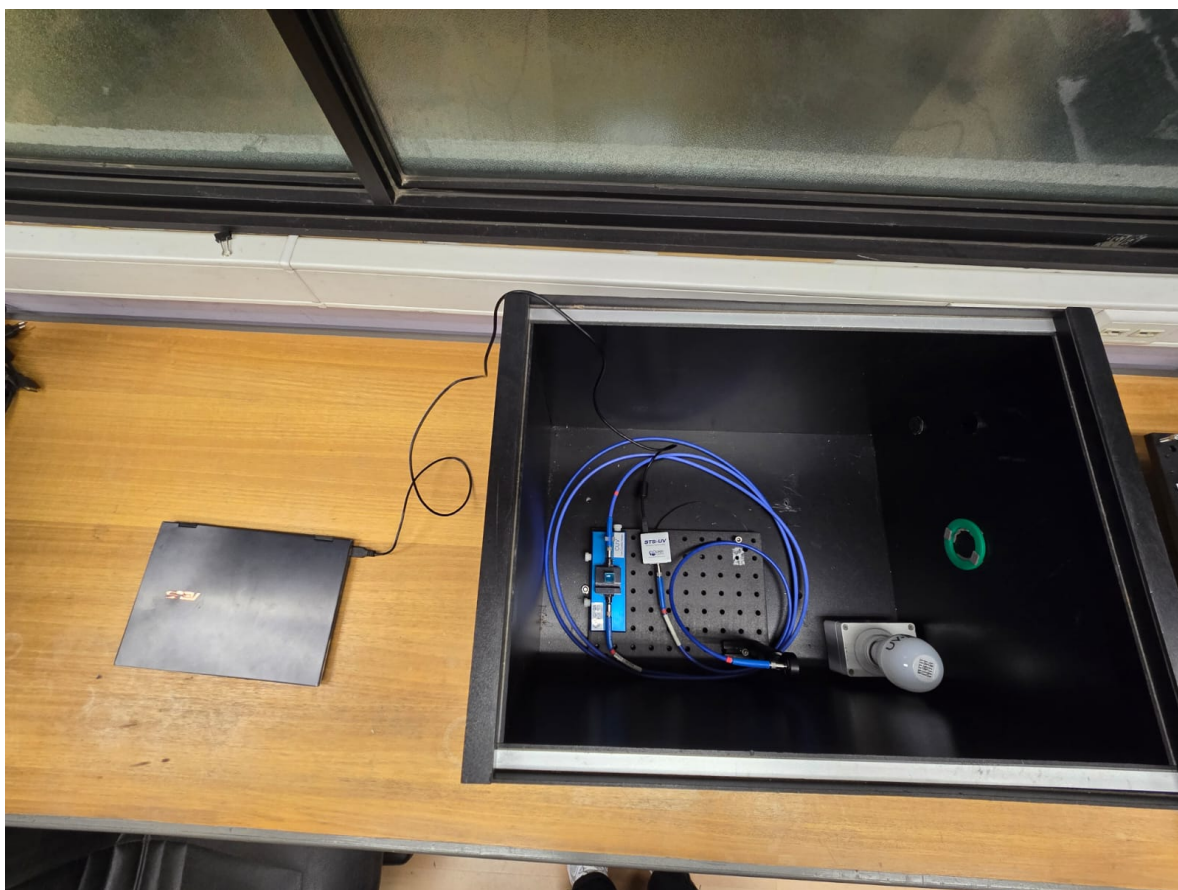


Fig. 3.12: Montaje prueba de validación teórica de absorción UV con colorante.

3.4.2. Prueba en reactor de lecho fluidizado

Con el propósito de realizar una validación preliminar del sistema en condiciones reales de operación, se efectuó una prueba experimental en el reactor de lecho fluidizado de la planta piloto de metalurgia. Esta instancia fue de carácter exploratorio pero permitió observar la respuesta del sistema ante la presencia de gases generados por el proceso metalúrgico, incluyendo el SO_2 .

Contexto y justificación

Durante la operación normal del reactor, se producen emisiones de gases que contienen dióxido de azufre. La prueba buscó evaluar si el sistema óptico desarrollado era capaz de detectar variaciones en la transmisión espectral asociadas a la presencia de este gas,

además de verificar la estabilidad de la fuente de luz y la sensibilidad del espectrómetro.

Objetivo experimental

Comprobar que el sistema DOAS registrara cambios en el espectro de transmisión al variar la concentración de SO_2 en el ambiente del reactor, y determinar el punto en que el detector comenzaba a evidenciar saturación óptica.

Montaje y procedimiento

Para esta prueba se utilizó el montaje principal desarrollado en este proyecto, realizando una modificación en la entrada del gas, ya que el flujo provenía directamente del reactor de lecho fluidizado. Debido a un daño ocurrido durante una prueba anterior, la placa de LEDs UV se encontraba inutilizable, por lo que se utilizó un único LED UV centrado en 310 nm.

El sistema de detección estuvo compuesto por un espectrómetro STS-UV Mini de Ocean Optics, acoplado a la fibra óptica del sistema. Durante la prueba se registraron espectros de transmisión en tiempo real utilizando el software OceanView, mientras que el flujo gaseoso proveniente del reactor se mantuvo aproximadamente en 3 L/min.

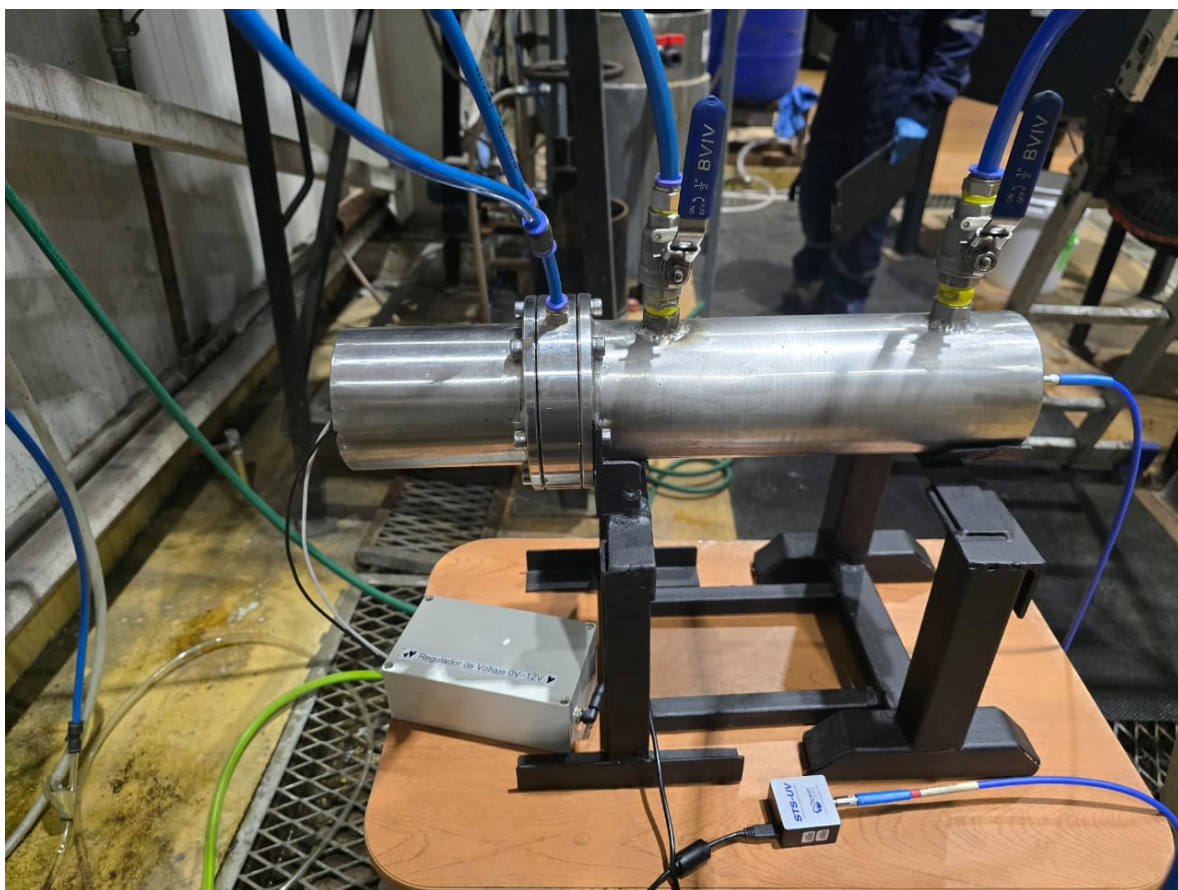


Fig. 3.13: Montaje para la prueba experimental en el reactor de lecho fluidizado.

3.4.3. Pruebas controladas con concentraciones conocidas (galones de gas)

Finalmente, se realizaron pruebas controladas con mezclas calibradas de SO_2 y N_2 , con el fin de evaluar cuantitativamente el desempeño del sistema DOAS UV y validar su exactitud bajo condiciones reproducibles. Estas pruebas fueron desarrolladas en laboratorio, empleando cilindros presurizados de gases con rotámetros de precisión para ajustar los flujos y proporciones.

Contexto y justificación

A partir de los resultados obtenidos en el reactor, se evidenció la necesidad de realizar mediciones controladas que permitieran comparar los valores calculados por el sistema

con concentraciones reales conocidas.

Objetivo experimental

Determinar la capacidad del sistema DOAS UV para calcular concentraciones de SO_2 acordes a los valores reales suministrados mediante mezclas gaseosas conocidas, y analizar la respuesta del sistema frente a variaciones de flujo y concentración.

Prueba galones 1

Antes de las mediciones se registró un espectro base sin gas absorbente (sistema cerrado). Posteriormente se inyectaron mezclas de SO_2 y N_2 con concentraciones objetivo de 5 %, 10 %, 20 % y 40 %. Cada medición se mantuvo durante intervalos de tiempo definidos, registrando espectros continuamente. El flujo total se mantuvo cercano a 3 L/min, con intensidades promedio del espectro base cercanas a 5000 cuentas. Los datos fueron procesados mediante el algoritmo de Lambert-Beer y posteriormente mediante el modelo empírico ajustado, permitiendo comparar concentraciones teóricas y corregidas.

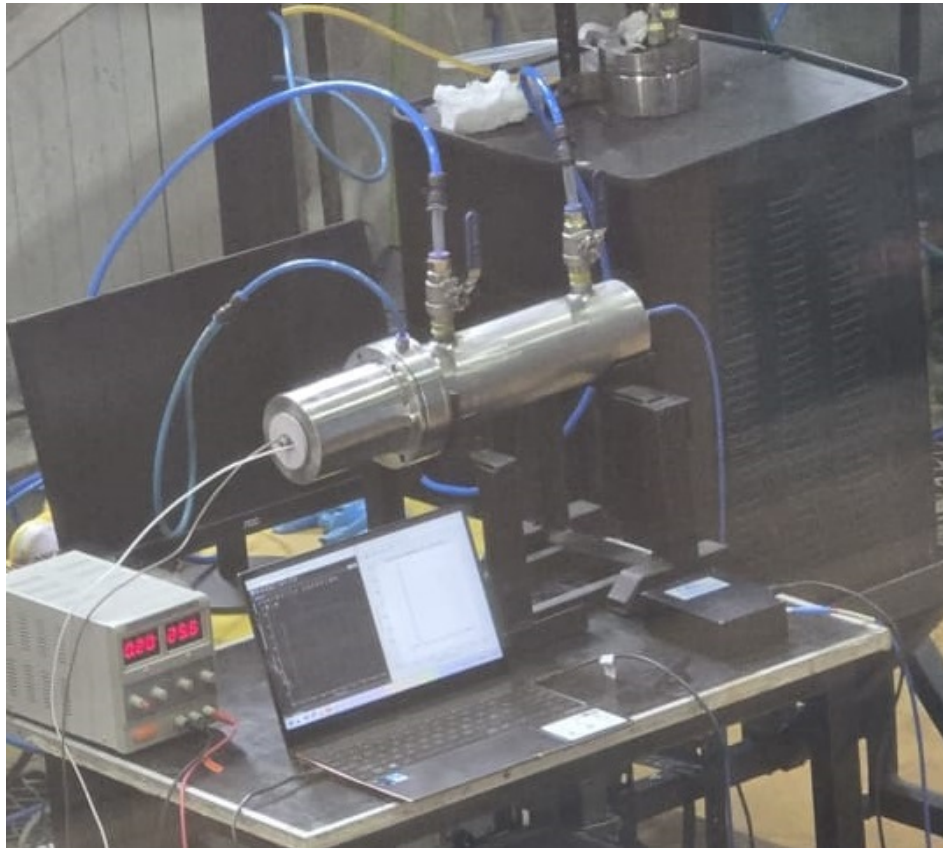


Fig. 3.14: Montaje para la primera prueba experimental utilizando galones.

Prueba galones 2

En una segunda etapa experimental, se implementó un método de barrido progresivo, variando el flujo de N_2 mientras se mantenía fija una inyección de SO_2 de 0.1 lpm. Las concentraciones resultantes fueron de 0 %, 2 %, 5 %, 8 %, 10 % y 15 %. Cada medición se realizó en orden ascendente, asegurando un retorno al 0 % de SO_2 entre pruebas mediante purga con N_2 . Esta metodología permitió evaluar el comportamiento dinámico del sistema y la capacidad del algoritmo para distinguir cambios graduales en la concentración del gas.

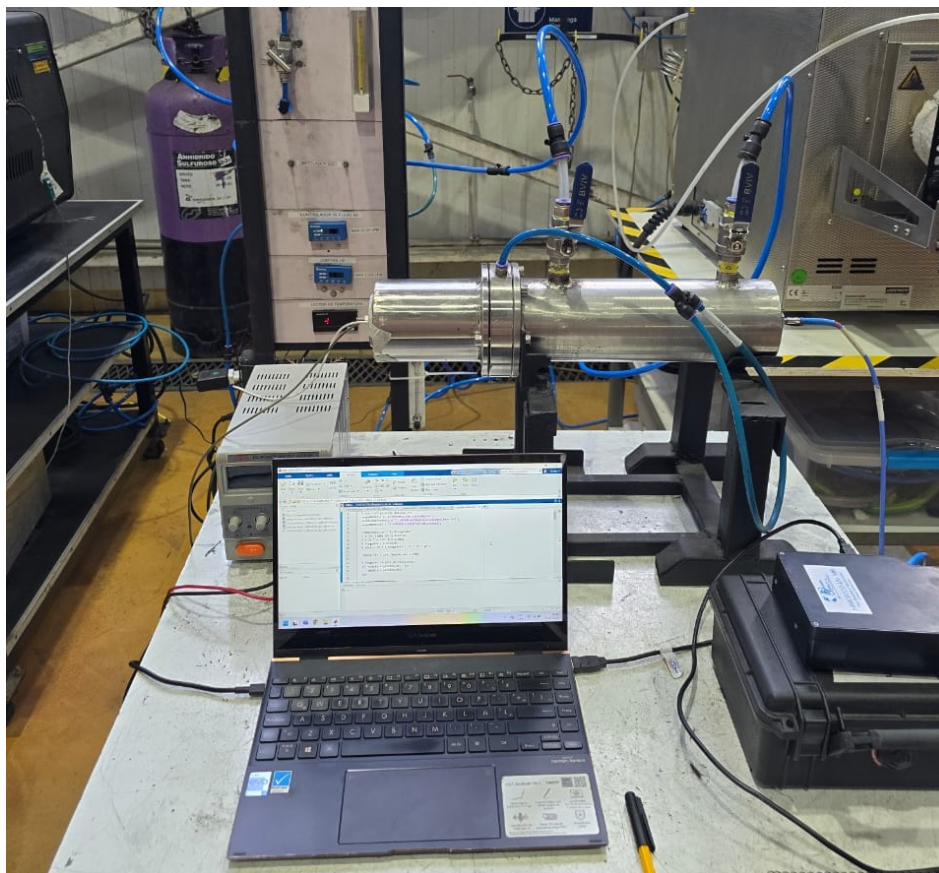


Fig. 3.15: Montaje para la segunda prueba experimental utilizando galones.

3.5. Caracterización del desempeño del sistema

Una vez implementado y evaluado el sistema DOAS UV en diferentes etapas experimentales, se procedió a analizar su desempeño técnico y operativo bajo distintas condiciones de trabajo. El objetivo de esta caracterización fue identificar posibles limitaciones asociadas a la fuente de luz, la estabilidad óptica, la respuesta del espectrómetro y las condiciones térmicas del montaje, con el fin de comprender los factores que podrían influir en la precisión y confiabilidad de las mediciones.

Durante las pruebas realizadas, se observó que si bien los LEDs utilizados presentaban un rendimiento estable a tensiones de aproximadamente 25.5 V y 200 mA, su potencia no fue suficiente para mantener una señal adecuada al incrementarse la concentración de dióxido de azufre. A medida que se introducía el gas en la cámara, la intensidad registrada por el espectrómetro disminuía bruscamente, especialmente en

concentraciones superiores al 15 %.

En particular, durante las pruebas controladas con galones (Prueba 1), se observó que entre los niveles de 20 % y 40 % de SO_2 no existía una diferencia significativa en los espectros medidos. Esto indicaba que el sistema había alcanzado un punto de saturación óptica, en el cual la intensidad transmitida era tan baja que el espectrómetro ya no lograba distinguir variaciones de absorbancia. En estos casos, el espectro caía prácticamente al nivel de ruido, perdiendo la definición característica de las longitudes de onda.

Se descartó que esta pérdida de señal se debiera a suciedad o contaminación en la ventana de protección, ya que las inspecciones posteriores confirmaron que el material se mantenía limpio y sin depósitos. Por lo tanto, se concluyó que la limitación provenía directamente de la baja intensidad de la fuente emisora y de la alta absorción del medio, más que de problemas ópticos o mecánicos del montaje.

Otro aspecto observado fue el aumento gradual de temperatura en la placa de LEDs y en el tubo de medición tras un uso continuo prolongado, especialmente luego de 30 minutos de operación. Este calentamiento no afectó la forma general del espectro base, pero sí podría tener influencia indirecta sobre la estabilidad térmica del sistema y, eventualmente, sobre la intensidad de emisión de los LEDs. Aun así, al finalizar cada ciclo de medición, al retornar a una condición de 0 % de SO_2 , el sistema recuperaba el espectro base inicial con diferencias mínimas, lo que demuestra una buena estabilidad general del sistema pese a las limitaciones de potencia luminosa.

En términos generales, el desempeño del sistema DOAS UV fue satisfactorio en cuanto a estabilidad, alineación y repetibilidad, aunque limitado por la intensidad insuficiente de la fuente de luz y la saturación a altas concentraciones de SO_2 . Estos resultados sugieren la necesidad de incorporar fuentes de mayor potencia, una mejor colimación del haz o una reducción del trayecto óptico para mejorar la sensibilidad dinámica del sistema en futuras versiones del sensor.

Capítulo 4

Resultados

4.1. Introducción

El presente capítulo presenta los resultados obtenidos a partir de las diferentes pruebas experimentales realizadas para la validación del sistema DOAS UV desarrollado. Estas pruebas permitieron evaluar tanto la respuesta óptica del sistema como la precisión del algoritmo de cálculo. Cada subsección aborda los resultados correspondientes a una etapa experimental específica, seguida de un análisis interpretativo que permite comprender el comportamiento del sistema e identificar sus limitaciones.

4.2. Prueba de validación teórica de absorción UV con colorantes

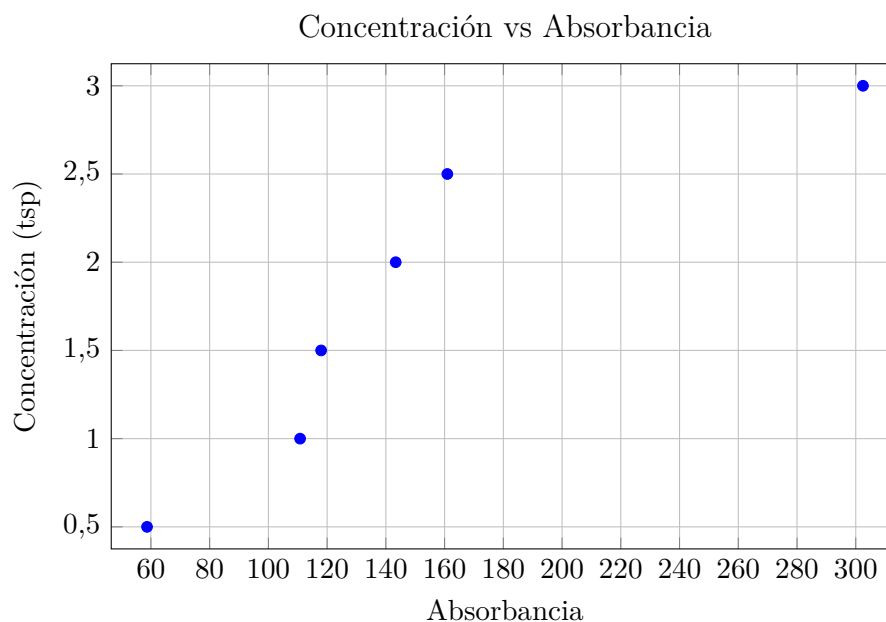


Fig. 4.1: Gráfico absorbancia vs concentración (tsp).

Resultados

Durante las mediciones realizadas con soluciones de colorante a distintas concentraciones, se observó una disminución progresiva en la intensidad transmitida al aumentar la cantidad de colorante disuelto. Los espectros obtenidos mostraron un patrón de absorción característico centrado en la región de los 380 nm, correspondiente al rango de emisión de la fuente utilizada.

El cálculo de absorbancia a partir de cada espectro reveló una relación lineal entre la absorbancia y la concentración del colorante, confirmando experimentalmente la validez de la Ley de Lambert-Beer en el rango de concentraciones ensayado.

Análisis

Los resultados obtenidos verificaron el comportamiento esperado de un sistema óptico bajo el principio de Lambert-Beer: a medida que aumenta la concentración del colorante, se incrementa la absorbancia. Esto demostró que el espectrómetro y el software OceanView eran adecuados para la adquisición de espectros, y que el procesamiento desarrollado en MATLAB realizaba correctamente la conversión de intensidad a absorbancia.

Esta primera validación fue fundamental para confirmar que el sistema de medición y el algoritmo de cálculo eran funcionales antes de pasar a experimentos con gases, donde las condiciones ópticas y ambientales son considerablemente más complejas.

4.3. Prueba en reactor de lecho fluidizado

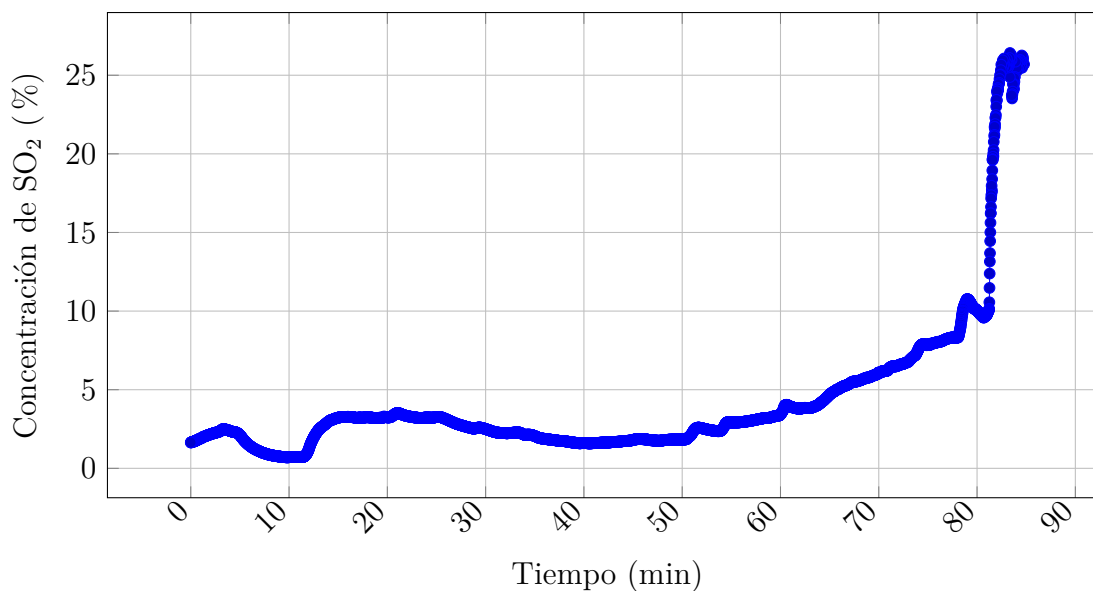


Fig. 4.2: Gráfico tiempo vs concentración para la prueba en reactor de lecho fluidizado.

Resultados

Durante la prueba en el reactor de lecho fluidizado, se registraron variaciones significativas en los espectros de transmisión a lo largo del tiempo, especialmente en

momentos asociados a los procesos metalúrgicos activos dentro del reactor. Se observó una atenuación notable en la intensidad dentro del rango UV, atribuible a la presencia de dióxido de azufre y otras especies absorbentes emitidas durante la operación.

Sin embargo, las mediciones no pudieron asociarse directamente a una concentración conocida de SO_2 . El sistema demostró una respuesta clara ante la presencia del gas, aunque la señal espectral presentó ruido y variabilidad debido a las condiciones dinámicas del reactor y a la turbulencia del flujo de gases.

Análisis

A pesar de no tratarse de una prueba calibrada, la respuesta del sistema fue consistente con lo esperado: una disminución en la intensidad espectral ante la presencia de gases absorbentes. Esto confirmó la funcionalidad del sistema DOAS en un entorno industrial real, evidenciando su capacidad para detectar SO_2 .

Los resultados también pusieron en evidencia la necesidad de mejorar la potencia de la fuente UV y la alineación óptica, ya que en ciertas mediciones el espectro presentaba saturación o caída abrupta de señal.

4.4. Pruebas controladas con concentraciones conocidas (galones de gas)

Resultados

Las pruebas controladas con galones presurizados de gases se realizaron con el objetivo de evaluar cuantitativamente el desempeño del sistema DOAS UV bajo condiciones experimentales reproducibles. En esta etapa se efectuaron dos pruebas de medición, denominadas Primera prueba con galones de gas y Segunda prueba con galones de gas, ambas utilizando mezclas calibradas de dióxido de azufre (SO_2) y nitrógeno (N_2).

4.4.1. Primera prueba con galones de gas

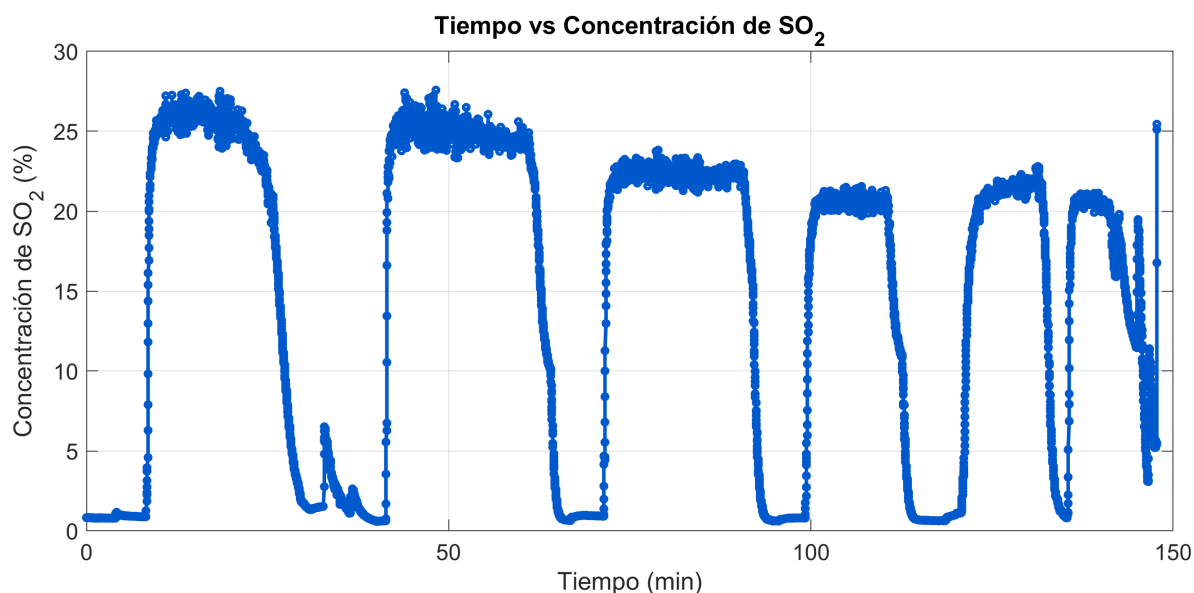


Fig. 4.3: Gráfico de los resultados para las primeras pruebas con galones.

Conc. real (%)	Conc. calculada (%)	Error abs.
40.0	26.0	-14.0
20.0	25.0	5.0
10.0	23.0	13.0
5.0	21.0	16.0

Tabla 4.1: Comparación de concentraciones en la **primera prueba con galones**.

En esta primera prueba se conectaron directamente los galones al sistema experimental, empleando concentraciones de SO_2 conocidas. El sistema logró registrar variaciones claras en la señal óptica durante la inyección y purga de los gases, reflejando incrementos y descensos en la absorbancia en función de la concentración.

Sin embargo, al comparar los resultados obtenidos con las concentraciones reales de los galones (indicadas en la tabla 4.1), se observaron discrepancias en los valores calculados. Por ejemplo, una mezcla real de 20% fue interpretada por el sistema como 25%, mientras que las concentraciones nominales de 10% y 5% también fueron sobrestimadas.

A pesar de estas diferencias, la forma de las curvas fue consistente con la secuencia experimental: el sistema detectó correctamente los momentos de ingreso y salida de gas, mostrando una respuesta coherente a los aumentos y disminuciones de concentración. Esto indicó que el sistema óptico y el algoritmo eran funcionales, pero que existía un error en el factor de calibración o en la aplicación del modelo teórico de Lambert–Beer.

Además, se evidenció que a partir de concentraciones cercanas al 20 % de SO_2 el sistema alcanzaba un límite de detección, ya que los espectros comenzaban a mostrar una caída abrupta de intensidad, entre 20 % y 40 %, y las curvas no presentaban diferencias apreciables. Este comportamiento confirmó la existencia de saturación óptica, causada por la absorción total del haz UV dentro del tubo de medición.

4.4.2. Segunda prueba con galones de gas

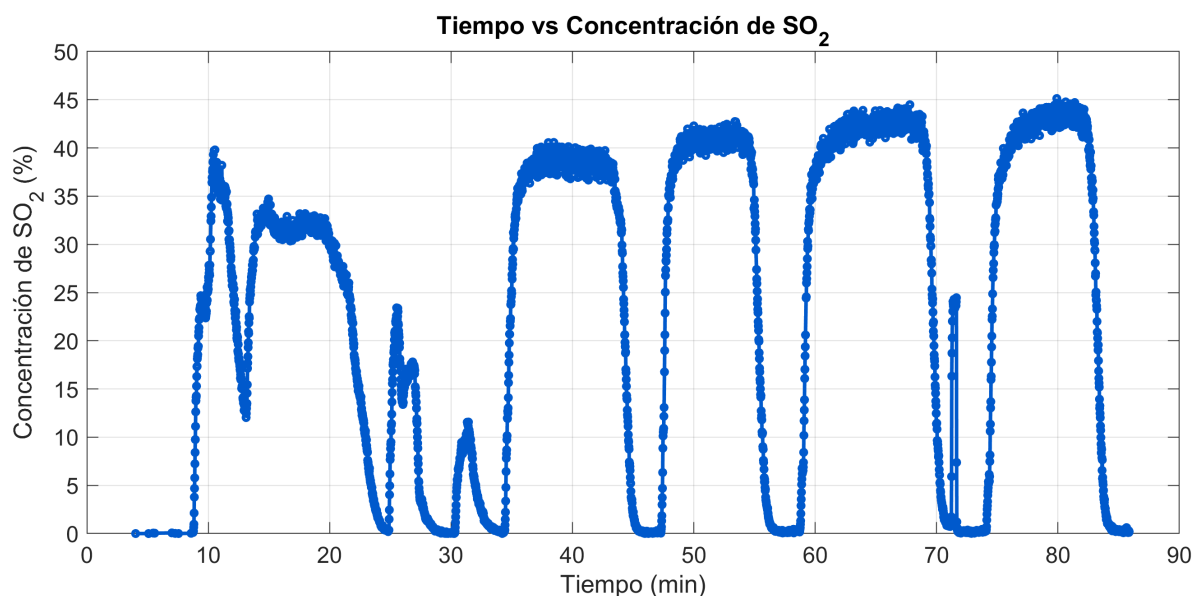


Fig. 4.4: Gráfico de los resultados para las segundas pruebas con galones.

Conc. real (%)	Conc. calculada (%)	Error abs.
2.0	32.0	30.0
5.0	39.0	34.0
8.0	40.5	32.5
10.0	41.0	31.0
15.0	42.0	27.0

Tabla 4.2: Comparación de concentraciones en la **segunda prueba con galones**.

La segunda prueba experimental se realizó con el propósito de obtener datos representativos en un rango más bajo de concentraciones, evitando la saturación observada anteriormente. Se mantuvo una inyección constante de SO_2 de 0.1 L/min y se reguló el flujo de N_2 para alcanzar concentraciones de 2 %, 5 %, 8 %, 10 % y 15 % de SO_2 .

A diferencia de la primera prueba, las mediciones se realizaron de forma incremental, aumentando progresivamente la concentración y purgando con N_2 entre cada medición para garantizar condiciones iniciales reproducibles. El sistema respondió adecuadamente, mostrando picos definidos y un comportamiento estable en cada nivel.

Los resultados revelaron una tendencia creciente entre la concentración real y la calculada, aunque los valores absolutos seguían presentando desviaciones respecto a los esperados.

Análisis

Los resultados de las pruebas con galones confirman que el sistema DOAS UV responde adecuadamente ante cambios en la concentración de SO_2 , pero también evidencian limitaciones técnicas que condicionan su desempeño.

En la primera prueba, el sistema alcanzó su límite dinámico a partir de concentraciones del 20 %, donde el espectro perdió definición y la intensidad cayó prácticamente a cero. Este fenómeno fue diagnosticado como saturación óptica, situación en la cual el gas absorbente atenúa completamente el haz de luz antes de alcanzar el detector, impidiendo registrar diferencias adicionales. La revisión posterior del montaje descartó suciedad en

la ventana de protección, confirmando que la causa principal era la baja potencia de la fuente UV en relación con la longitud del trayecto óptico (30 cm).

Durante la segunda prueba, el rango de concentraciones más bajo (0 – 15 %) permitió operar dentro de los límites funcionales del sistema. En este rango, los resultados mostraron buena estabilidad y repetibilidad, validando la consistencia del método de medición. Sin embargo, las desviaciones observadas entre las concentraciones calculadas y las reales pusieron en evidencia la necesidad de un ajuste empírico para compensar las no idealidades del sistema, como pérdidas ópticas, dispersión y respuesta no lineal del detector.

Finalmente, cabe destacar que las observaciones realizadas en esta etapa fueron coherentes con las obtenidas durante la prueba en el reactor de lecho fluidizado, donde hacia el final del experimento también se detectó una caída abrupta de intensidad espectral hasta valores cercanos a cero, atribuida a la saturación del sistema óptico por acumulación de gas. En ambos casos, los resultados reflejan que la potencia de la fuente de luz UV y la longitud del trayecto óptico son factores críticos que determinan el rango operativo efectivo del sistema DOAS UV.

4.4.3. Ajuste teórico mediante interpolación empírica

Debido a las discrepancias observadas entre las concentraciones reales de SO_2 y las concentraciones calculadas con el modelo directo de Lambert–Beer, se implementó un ajuste empírico basado en interpolación. Se tomaron los valores de absorbancia en cada nivel estable y se asociaron a las concentraciones reales indicadas por los galones. Con esos puntos se construyó una curva *absorbancia vs. concentración calculada* y se ajustó una función de tipo exponencial:

$$C_{SO_2}(A) = ae^{bA}$$

Se evaluaron los datos de la segunda prueba con galones esto debido a que se utilizó el diseño final del sistema, compuesto por una placa con 10 LEDs UV centrados en 310 nm y un espectrómetro HR4000 (Ocean Optics), cuya mayor sensibilidad y estabilidad permitieron obtener espectros con una mejor relación señal-ruido. Debido a estas mejoras, los datos obtenidos en esta segunda prueba presentan mayor confiabilidad y fueron seleccionados como base para la construcción del modelo empírico.

Modelo empírico: Ajustado con datos de la segunda prueba con galones.

$$C_{SO_2}(A) = 0,0027e^{0,0396A}$$

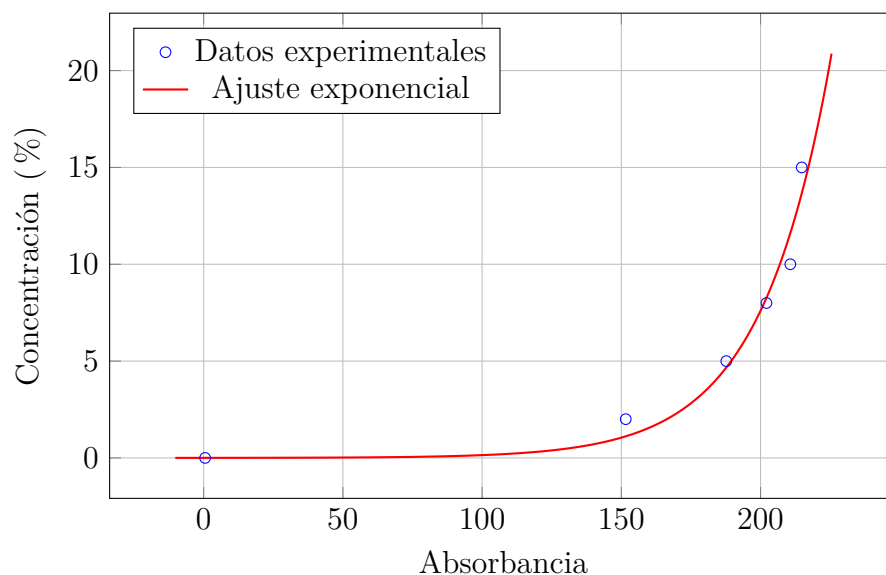


Fig. 4.5: Ajuste exponencial de concentración en función de absorbancia utilizando datos de la segunda prueba con galones

El modelo se aplicó sobre ambos conjuntos de datos (Prueba 1 y Prueba 2). Este enfoque evidenció una mejor coherencia con los valores reales que el uso directo de Lambert–Beer, compensando pérdidas ópticas, no linealidades del detector, desalineaciones y la variación real de la sección transversal $\sigma(\lambda)$.

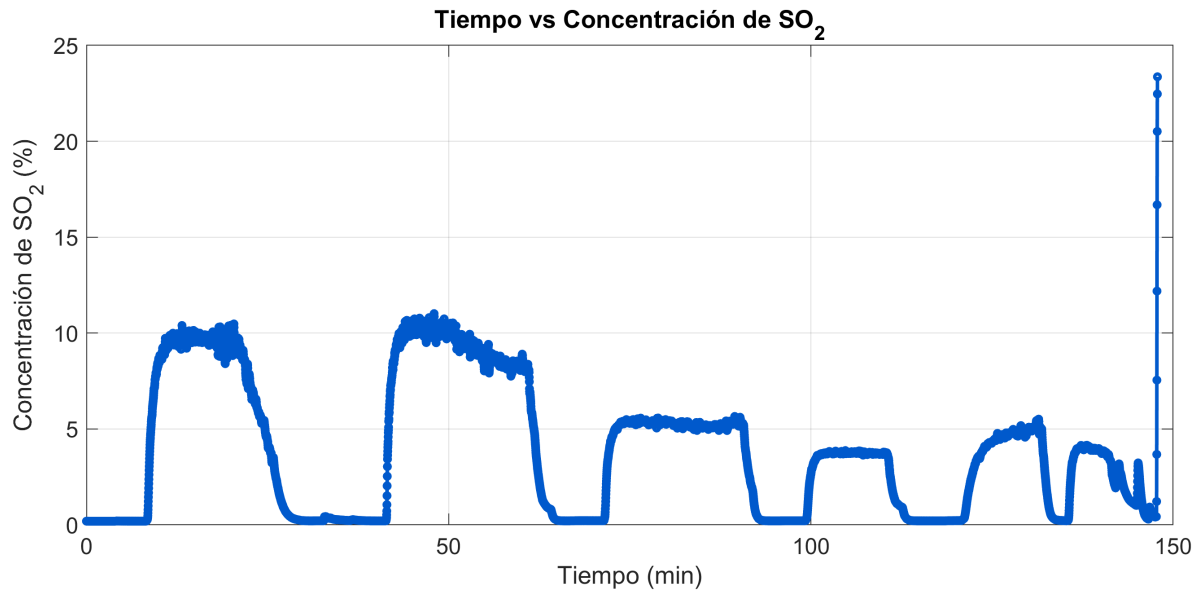
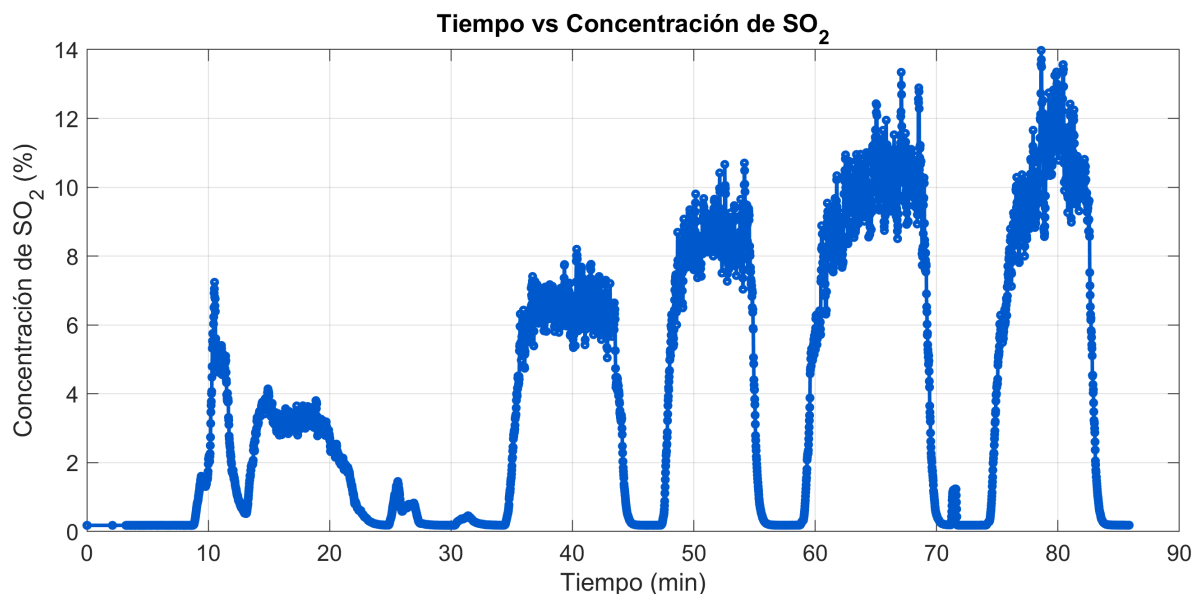


Fig. 4.6: Modelo aplicado a datos de **Prueba 1**.

Conc. real (%)	Conc. calculada (%)	Error abs.
40.0	10.0	-30.0
20.0	8.0	-12.0
10.0	5.0	-5.0
5.0	4.0	-1.0

Tabla 4.3: Comparación del modelo empírico en la **primera prueba con galones**.

Fig. 4.7: Modelo aplicado a datos de **Prueba 2**.

Conc. real (%)	Conc. calculada (%)	Error abs.
2.0	3.5	1.5
5.0	6.0	1.0
8.0	8.0	0
10.0	10.0	0
15.0	11	-4.0

Tabla 4.4: Comparación del modelo empírico en la **segunda prueba con galones**.

4.5. Discusión técnica

A partir del análisis de los resultados obtenidos en las pruebas experimentales y de la revisión bibliográfica posterior, se identificaron varios factores que explican las discrepancias observadas entre las concentraciones reales de dióxido de azufre (SO_2) y los valores calculados por el sistema DOAS UV.

Uno de los hallazgos más relevantes provino de una revisión técnica realizada en conjunto con el Dr. Rodrigo Fuentes Inzunza, autor de una tesis doctoral sobre la implementación de instrumentación óptica para el monitoreo remoto de SO_2 mediante espectroscopía DOAS. En dicha investigación se establece que la sección transversal del

SO_2 no es una constante, como fue considerada inicialmente en este proyecto, sino una función dependiente de la longitud de onda ($\sigma(\lambda)$). Esta variación espectral es la que da origen a las fluctuaciones características del espectro de absorción diferencial del gas.

El método DOAS, por definición, no utiliza directamente la absorbancia total calculada con una única sección transversal promedio, sino que analiza la diferencia entre el espectro medido y un espectro base de referencia, extrayendo las variaciones finas o diferenciales que representan la absorción molecular específica del SO_2 . En los espectros registrados durante las pruebas, dichas fluctuaciones no fueron visibles, lo que sugiere que el sistema no logró resolver la estructura espectral distintiva del gas.

La causa más probable de este problema se relaciona con la configuración geométrica del montaje experimental, específicamente con la longitud del trayecto óptico empleado. El tubo de medición de 30 cm de longitud resultó ser demasiado extenso para las concentraciones utilizadas (entre 5 % y 20 % de SO_2), provocando una absorción excesiva de la luz UV y llevando al sistema a un estado de saturación óptica, donde prácticamente no se transmite radiación hacia el detector. Bajo estas condiciones, el espectro pierde contraste y desaparecen las variaciones diferenciales necesarias para aplicar el análisis DOAS de manera correcta.

El Dr. Fuentes indicó que para concentraciones en el orden de porcentaje, el trayecto óptico debería ser considerablemente menor (del orden de unos pocos milímetros o centímetros), mientras que el uso de un camino de 30 cm es adecuado únicamente para concentraciones bajas, del orden de partes por millón o partes por billón (ppb-ppm). En consecuencia, se determinó que el sistema diseñado en este proyecto se encuentra fuera del rango operativo adecuado para las concentraciones ensayadas.

En síntesis, las causas de error identificadas en los resultados no se deben únicamente a imperfecciones del código o a fallas de calibración, sino a una limitación fundamental en el diseño experimental y en la interpretación del modelo teórico. La utilización de una sección transversal constante y de un trayecto óptico excesivo generó una condición de saturación que imposibilitó la correcta aplicación del método DOAS diferencial.

De esta manera, se establece que los resultados inconsistentes obtenidos no invalidan el principio de funcionamiento del sistema, sino que revelan la necesidad de ajustar las condiciones experimentales y el enfoque de cálculo para alcanzar un funcionamiento plenamente compatible con la técnica DOAS.

Al comparar los resultados obtenidos mediante el cálculo directo con la ley de Lambert–Beer y aquellos generados por el modelo empírico, se observa una diferencia significativa en el desempeño de ambas metodologías. En la primera prueba, el método basado en Lambert–Beer presenta errores absolutos elevados y con tendencia a sobreestimar o subestimar la concentración real sin seguir un patrón consistente, alcanzando desviaciones de hasta 16% y 14%. En contraste, el modelo empírico aplicado a esta misma prueba también presenta discrepancias importantes, pero con una tendencia más uniforme y con errores que disminuyen progresivamente a medida que disminuye la concentración real. La diferencia entre ambos métodos se hace más evidente en la segunda prueba: mientras el cálculo con Lambert–Beer arroja errores extremadamente altos, superiores a 30% en todos los casos, el modelo empírico muestra una correspondencia más estrecha con los valores reales.

Capítulo 5

Conclusiones

5.1. Sumario

El desarrollo de este proyecto permitió implementar y evaluar un sistema experimental basado en la técnica DOAS para la medición de dióxido de azufre (SO_2) en un reactor de lecho fluidizado. A lo largo del trabajo se abordaron de forma progresiva las distintas etapas de diseño, desarrollo del algoritmo, evaluación y caracterización del sensor, utilizando componentes ópticos comerciales y desarrollos propios del algoritmo. El sistema experimental estuvo conformado por una fuente de luz UV, una celda de medición de 30 cm de longitud, una fibra óptica de acoplamiento y un espectrómetro conectado a un computador para la adquisición y procesamiento de los datos.

Durante las pruebas experimentales se realizaron tres etapas principales: una validación teórica mediante colorantes líquidos, una prueba funcional en el reactor de lecho fluidizado y dos pruebas controladas utilizando galones de gas con concentraciones conocidas de SO_2 . Los resultados iniciales demostraron que el sistema respondía correctamente ante variaciones en la concentración del gas, mostrando una atenuación progresiva del espectro UV a medida que aumentaba el contenido de SO_2 . No obstante, en concentraciones elevadas (por sobre el 20 %) se observó una caída abrupta de la señal y ausencia de diferencias entre espectros, evidenciando un fenómeno de saturación óptica.

El análisis posterior permitió identificar que la discrepancia entre las concentraciones

reales y las calculadas se debía principalmente a la simplificación del modelo teórico aplicado, en el cual se consideró una sección transversal constante del SO_2 en lugar de su comportamiento espectral diferencial. Adicionalmente, se determinó que el trayecto óptico de 30 cm no era adecuado para las concentraciones empleadas, lo que provocó una absorción total de la radiación UV. A partir de estos hallazgos se propuso un modelo empírico de corrección que permitió ajustar los valores calculados, mejorando la coherencia entre las concentraciones medidas y las reales.

En conjunto, los resultados obtenidos validan el principio de funcionamiento del sistema DOAS desarrollado, demostrando su capacidad para detectar cambios en la concentración de SO_2 y evidenciando las limitaciones técnicas que deberán ser optimizadas en trabajos futuros.

5.2. Conclusión

El desarrollo de este proyecto permitió comprobar la viabilidad técnica de implementar un sistema experimental de medición de SO_2 utilizando la técnica DOAS en el rango ultravioleta. El trabajo abarcó desde el diseño físico del sensor, la construcción del montaje óptico y electrónico, hasta la implementación de un algoritmo de procesamiento de datos en MATLAB para la estimación de concentraciones a partir de espectros adquiridos en tiempo real.

Los resultados experimentales obtenidos demostraron que el sistema diseñado es capaz de detectar variaciones en la concentración de SO_2 , evidenciando una respuesta coherente ante los cambios de mezcla gaseosa y una correcta operación de los componentes ópticos y del software de análisis. No obstante, también se observó que el sistema alcanzó un límite de saturación a concentraciones superiores al 20 %, lo que impidió distinguir diferencias en el espectro más allá de ese rango.

El análisis posterior permitió identificar que las discrepancias entre los valores calculados y las concentraciones reales no se debieron únicamente a fallas de calibración, sino a la aplicación incorrecta del modelo teórico de Lambert–Beer en el contexto del método DOAS. En particular, se confirmó que la sección transversal del SO_2 es una función espectral variable, y no una constante, y que el uso de un trayecto óptico de 30 cm generó una absorción excesiva. Estas condiciones condujeron a una saturación óptica

que eliminó las fluctuaciones características del espectro diferencial del gas, impidiendo la correcta aplicación del modelo.

Aun con estas limitaciones, el sistema permitió validar el principio de medición, demostrando la sensibilidad del espectrómetro y la funcionalidad del algoritmo para el cálculo de absorbancia y concentración relativa. El ajuste posterior mediante un modelo empírico permitió obtener una mejor correlación con los valores reales, confirmando que el enfoque experimental es válido siempre que se adapten las condiciones geométricas y espectrales del montaje.

A partir de la comparación cuantitativa entre las concentraciones reales y los valores estimados por ambos métodos (empírico y teórico), se comprobó que el modelo empírico presenta un desempeño claramente superior al cálculo teórico basado en la ley de Lambert–Beer. Mientras que el método teórico mostró errores significativos e inconsistentes en ambas pruebas, con desviaciones que superaron ampliamente el 20 % e incluso el 30 %, el modelo empírico exhibió una correlación mucho más estrecha con los valores reales, alcanzando errores inferiores al 2 %. Estos resultados permiten compensar las limitaciones del modelo teórico y proporcionan estimaciones confiables dentro del rango operativo evaluado.

En relación con los objetivos planteados, se puede concluir que el proyecto cumplió satisfactoriamente con los objetivos de diseño, desarrollo del algoritmo, evaluación y caracterización del sistema DOAS UV, logrando implementar y validar un prototipo funcional capaz de medir concentraciones de SO_2 en condiciones controladas. Sin embargo, el objetivo de obtener mediciones cuantitativas precisas dentro del rango de 5 %–20 % no se logró completamente, debido a las limitaciones identificadas en el modelo teórico y en la configuración óptica.

A nivel disciplinar, este trabajo aporta una base experimental y metodológica para el desarrollo de sensores ópticos aplicados al monitoreo de gases industriales, destacando la importancia de una correcta adaptación del método DOAS según el rango de concentración y la geometría del sistema.

5.3. Trabajo a Futuro

El desarrollo de este proyecto permitió sentar las bases para la implementación de un sistema DOAS UV orientado a la medición de SO_2 en entornos industriales, sin embargo, los resultados obtenidos también evidenciaron aspectos que pueden optimizarse en futuras etapas de investigación y desarrollo.

Una de las mejoras corresponde al rediseño del montaje experimental, específicamente en lo relativo al camino óptico de la celda de medición. Como se comprobó durante las pruebas, una longitud de 30 cm resulta excesiva para concentraciones de SO_2 en el rango de 5–20 %, provocando una absorción total, llevando al sistema a la saturación. Por tanto, se recomienda reducir significativamente la distancia óptica, idealmente a unos pocos centímetros, de manera que el sistema opere dentro de un rango lineal de absorción, permitiendo distinguir variaciones reales en la concentración del gas.

Asimismo, se sugiere evaluar nuevas fuentes de iluminación UV con mayor potencia y estabilidad. El uso de luz colimada o sistemas ópticos con lentes de enfoque podría mejorar la eficiencia de transmisión y aumentar la sensibilidad del sistema en el rango de 290–315 nm.

Otra línea de mejora importante consiste en explorar diferentes tipos de fibras ópticas, optimizadas para transmisión en el rango UV profundo.

En cuanto a la validación experimental, se considera fundamental ampliar la cantidad y diversidad de pruebas. Se recomienda realizar una nueva serie de experimentos en condiciones controladas con concentraciones más amplias y pasos más finos, lo que permitiría obtener una mejor curva de calibración empírica. Del mismo modo, sería valioso repetir las mediciones en el reactor de lecho fluidizado bajo distintos regímenes operativos, para evaluar la respuesta del sistema en condiciones reales con variaciones térmicas y de flujo.

Finalmente, se propone implementar en el software de análisis un modelo DOAS diferencial completo, basado en el uso de la sección transversal espectral $\sigma(\lambda)$ del SO_2 y en el cálculo de absorbancia diferencial respecto al espectro base. Esta modificación permitiría una determinación cuantitativa más precisa y un análisis espectral que se alinee plenamente con el principio físico de la técnica.

En conjunto, estas mejoras permitirán optimizar la precisión, sensibilidad y aplicabilidad del sistema DOAS UV, avanzando hacia un sensor robusto y confiable para el monitoreo de gases industriales y la evaluación de procesos metalúrgicos en tiempo real.

Bibliografía

- [1] U. Platt and J. Stutz, *Differential Optical Absorption Spectroscopy: Principles and Applications*. Springer, 2008.
- [2] Y. Yang, J. Li, Z. Zhang, J. Wang, and G. Lin, “Quantitative analysis of so₂, no₂ and no mixed gases based on ultraviolet absorption spectrum,” *Analyst*, vol. 148, pp. 6341–6349, 2023.
- [3] Y. Li, S. O. Danielache, Y. Endo, S. Nanbu, and Y. Ueno, “High-resolution uv absorption cross-section measurements of sulfur dioxide isotopologues,” *ACS Earth and Space Chemistry*, vol. 8, pp. 2038–2051, 2024.
- [4] C. Hermans, A. C. Vandaele, and S. Fally, “Fourier transform measurements of so₂ absorption cross sections: I. temperature dependence in the 345–420 nm region,” *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, vol. 110, no. 14–16, pp. 1526–1536, 2003.
- [5] D. Blackie, R. Blackwell-Whitehead, G. Stark, J. C. Pickering, P. L. Smith, J. Rufus, and A. P. Thorne, “High-resolution photoabsorption cross-section measurements of so₂ at 198 k from 213 to 325 nm,” *Journal of Geophysical Research*, vol. 116, p. D06304, 2011.
- [6] B. Galle, C. Oppenheimer, A. Geyer, A. J. S. McGonigle, M. Edmonds, and L. Horrocks, “A miniaturised ultraviolet spectrometer for remote sensing of so₂ fluxes,” *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, vol. 119, pp. 241–254, 2002.
- [7] A. Li, C. Liu, P. Xie, J. Liu, M. Qin, K. Dou, W. Fang, and W. Liu, “Monitoring of so₂ emissions from industry by passive doas,” in *Optical Technologies for Atmospheric, Ocean, and Environmental Studies*. SPIE, 2005.

- [8] Y. Xiong, K. Wu, G. Yu, Z. Chen, L. Liu, and F. Li, “Real-time monitoring of so₂ emissions using a uv camera with built-in no₂ and aerosol corrections,” *Atmosphere*, vol. 11, p. 1021, 2020.
- [9] R. A. F. Inzunza, “Implementación de instrumentación óptica para el monitoreo remoto de la calidad del aire,” Ph.D. dissertation, Universidad de Concepción, Concepción, Chile, 2012.
- [10] S. R. A. Arellano, “Estudio e implementación de un sistema de medición remota continua de flujo de gas so₂ de origen volcánico basado en espectroscopía óptica,” Master’s thesis, Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador, 2011.
- [11] U. Platt, “Air monitoring by differential optical absorption spectroscopy,” in *Encyclopedia of Analytical Chemistry*. John Wiley & Sons, 2017.
- [12] A. Richter, “Differential optical absorption spectroscopy (doas) – course slides,” 2020, lecture notes.
- [13] “Decreto supremo n° 104: Establece norma primaria de calidad del aire para dióxido de azufre (so₂),” Santiago, Chile, 2018, núm. 104, de 27 de diciembre de 2018.
- [14] R. Tritippayanon, R. Piemjaiswang, P. Piumsomboon, and B. Chalermssinsuwan, “Computational fluid dynamics of sulfur dioxide and carbon dioxide capture using mixed feeding of calcium carbonate/calcium oxide in an industrial scale circulating fluidized bed boiler,” *International Journal of Greenhouse Gas Control*, vol. 78, pp. 22–32, 2018.