

CARRERA DE ESPECIALIZACIÓN EN SISTEMAS EMBEBIDOS

MEMORIA DEL TRABAJO FINAL

Desarrollo de un sistema embebido para un titulador potenciométrico automático

Autor:

Ing. Fernando Ezequiel Daniele

Director:

Dr. Javier Andrés Redolfi(UTN FRSFco)

Jurados:

Esp. Ing. Alexis Pojomovsky (Ekumen, FIUBA)

Mg. Ing. Leandro Lanzieri Rodriguez (UTN FRA - HAW Hamburg)

Mg. Ing. Christian Yanez Flores (FIUBA)

*Este trabajo fue realizado en la ciudad de San Francisco,
entre junio de 2020 y septiembre de 2021.*

Resumen

La presente memoria describe el desarrollo e implementación de un sistema embebido que permite automatizar el método de análisis químico denominado titulación o valoración. El sistema realiza la medición de pH de la muestra a analizar mientras se agregan volúmenes controlados de una sustancia conocida, para hallar el punto en el cual ambas sustancias reaccionan. El trabajo se enmarca dentro un proyecto de investigación y desarrollo de la UTN FRSFco, que busca ofrecer un titulador de bajo costo para el laboratorio de servicios de la facultad.

Para el desarrollo de sistema se aplicó una arquitectura de software modular y se utilizaron conceptos de sistemas de tiempo real, comunicaciones, protocolos UART y SPI, máquinas de estados finitos y diseño de circuitos impresos.

Índice general

Resumen	I
1. Introducción general	1
1.1. Concepto de titulación	1
1.1.1. Métodos de titulación	1
1.1.2. Curvas de titulación	3
1.1.3. Potenciometría	4
1.2. Descripción de tituladores automáticos	4
1.3. Estado del arte	5
1.4. Motivación	6
1.5. Objetivos y alcance	6
2. Introducción específica	9
2.1. Electrodos de pH	9
2.2. Bombas peristálticas	10
2.3. Módulos de hardware	12
2.3.1. Microcontrolador ESP32	12
2.3.2. Pantalla táctil	13
2.3.3. Microcontrolador ATmega328p	13
2.3.4. <i>Driver</i> para motor	14
2.3.5. Módulo de adaptación para electrodo	14
2.4. Requerimientos	16
3. Diseño e implementación	19
3.1. Arquitectura del sistema	19
3.2. Medición del electrodo	20
3.3. Proceso de calibración	21
3.4. Control de la bomba	22
3.5. Interfaz de usuario	24
3.6. Almacenamiento de datos	26
3.7. Servidor web	27
3.8. Esquemáticos y PCB	28
4. Ensayos y resultados	33
4.1. Pruebas unitarias	33
4.1.1. Calibración del electrodo	33
4.1.2. Calibración del volumen inyectado por la bomba	34
4.2. Validación y verificación	36
4.3. Comparación con el estado del arte	39
5. Conclusiones	41
5.1. Resultados obtenidos	41
5.2. Trabajo futuro	41

Índice de figuras

1.1. Titulación ácido-base mediante indicador de color ¹ .	2
1.2. Titulación ácido-base mediante electrodo de pH ² .	2
1.3. Curva de titulación del tipo sigmoidea.	3
1.4. Primera y segunda derivada del pH respecto al volumen.	3
1.5. Curva de titulación del tipo sigmoidea ³ .	4
1.6. Ejemplo de titulador automático. Marca THERMO SCIENTIFIC ⁴ .	5
1.7. Diagrama en bloques simplificado.	7
2.1. Electrodo combinado de pH de Ag/AgCl ⁵ .	9
2.2. Electrodo HANNA HI-1230B.	10
2.3. Bomba peristáltica ⁶ .	11
2.4. Bomba peristáltica utilizada. Vista del motor.	11
2.5. Bomba peristáltica utilizada. Vista de los rodillos.	11
2.6. Placa de desarrollo ESP32-DevKitC.	12
2.7. LCD táctil MCUFRIEND.	13
2.8. Microcontrolador ATmega328p ⁷ .	13
2.9. Driver para motor paso a paso DRV8825.	14
2.10. Módulo pH-4502C.	14
2.11. Etapa de referencia.	15
2.12. Etapa de amplificación.	15
3.1. Diagrama en bloques del trabajo realizado.	19
3.2. Diagrama de flujo del proceso de calibración.	21
3.3. Diagrama de flujo de la tarea de control de la bomba.	23
3.4. Máquina de estados finitos del menú de usuario.	24
3.5. Diseño esquemático de las conexiones del ESP32.	29
3.6. Diseño esquemático de las conexiones del ATmega328p.	29
3.7. Diseño esquemático de los drivers de la bomba y del agitador.	30
3.8. Modelo 3D del PCB.	30
3.9. Prototipo final.	31
4.1. Banco de pruebas para la calibración del electrodo.	33
4.2. Relación entre el pH y el valor convertido por el ADC.	34
4.3. Banco de pruebas para la calibración de la bomba.	35
4.4. Banco de pruebas para el caso de uso.	36
4.5. Proceso de calibración.	37
4.6. Volumen de corte y limpieza.	37
4.7. Curva de titulación y resultado.	37
4.8. Resultado en página web.	38
4.9. Resultado en archivo de texto.	38

Índice de tablas

1.1. Comparativa de tituladores comerciales	5
4.1. Resultados calibración	33
4.2. Dosificaciones	35
4.3. Comparativa con el trabajo realizado.	39

Capítulo 1

Introducción general

En este capítulo se presentan los conceptos necesarios para comprender el método de titulación y el funcionamiento de los tituladores automáticos, así como también se realiza una exploración de trabajos de I+D y productos comerciales similares al prototipo presentado. Por último, se destaca el origen de la propuesta, los objetivos y los alcances del trabajo realizado.

1.1. Concepto de titulación

La titulación es una técnica analítica que permite realizar la determinación cuantitativa de la concentración de una sustancia o grupo de sustancias químicas (analitos) en una muestra problema. Este método de análisis químico se basa en medir la cantidad de un reactivo de concentración conocida, denominado titulante, que es consumida por un analito durante una reacción química o electroquímica. En una titulación se determina el volumen o la masa de titulante necesario para reaccionar completamente con el analito, y este dato permite calcular la cantidad del analito presente en una muestra. El punto final de una reacción se puede determinar por el cambio de color en un indicador o por el cambio en una respuesta instrumental como, por ejemplo, el pH [1].

El punto de equivalencia es el punto teórico que se alcanza cuando la cantidad de titulante añadido es químicamente equivalente a la cantidad de analito en la muestra. Este punto no puede determinarse de manera experimental. En cambio, se puede estimar su valor en base al punto final, que se da cuando se observa una variación física asociada con la condición de equivalencia [1]. Existen diferentes tipos de titulaciones que implican diferentes métodos de análisis. En el caso de este trabajo, se utilizaron las titulaciones del tipo ácido-base, para las cuales se utiliza el método del cambio de color de un indicador y el del cambio de potencial de un electrodo.

1.1.1. Métodos de titulación

El cambio de color es la técnica que se utiliza actualmente de manera manual en el laboratorio de la UTN FRSFco, y se ilustra en la figura 1.1. Por un lado, se tiene una bureta con el titulante de concentración conocida, y por el otro, un recipiente con la solución acuosa a ser analizada, a la cual se le agrega un reactivo indicador. De manera lenta, se agrega el titulante a la solución problema hasta detectar el cambio de color producido por el indicador. Esto es lo que se conoce como punto final y el resultado es el volumen de titulante gastado, que le permite al analista químico calcular la concentración del analito en la solución problema.

Pasos para titular un ácido con una base¹

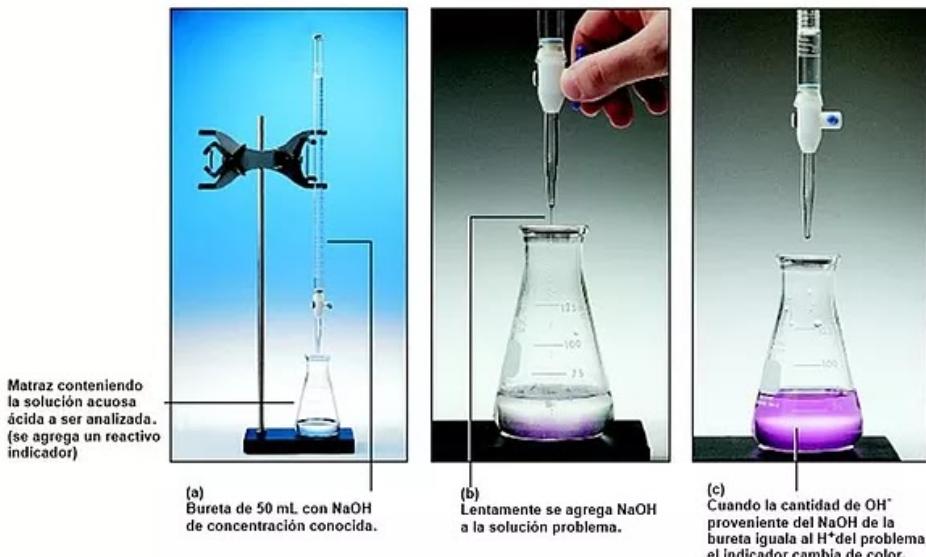


FIGURA 1.1. Titulación ácido-base mediante indicador de color¹.

El cambio en el potencial de un electrodo de pH es la técnica que utilizan los tituladores potenciométricos automáticos y que, por lo tanto, se utilizó para este trabajo. En la figura 1.2 se observa un proceso manual que utiliza el método de cambio de potencial. En este caso, el usuario utiliza una computadora que registra los datos de la cantidad de gotas que añade y el valor de pH leído por el electrodo, para cada cantidad añadida de titulante. De esta forma, se grafica una curva de titulación que permite encontrar el valor del volumen gastado en el punto final.

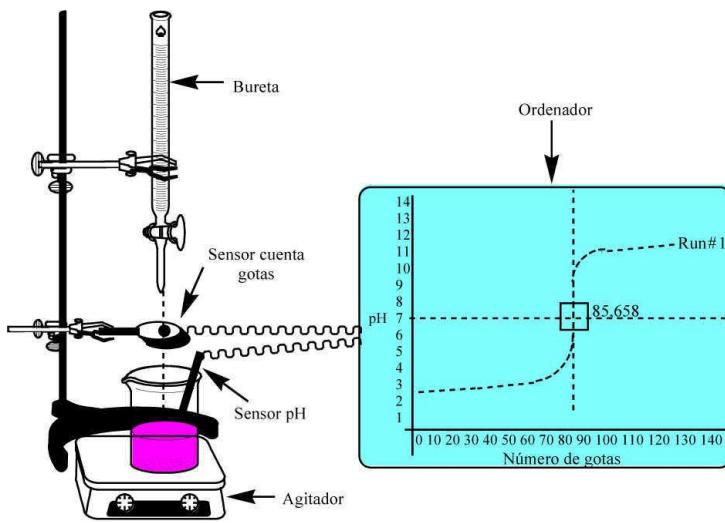


FIGURA 1.2. Titulación ácido-base mediante electrodo de pH².

¹Imagen tomada de https://2.bp.blogspot.com/-a9RepHphLgc/WgOVnU_U_QI/AAAAAA AAAGM/ulzSDSrbOKYNvtwqNhe_D5TE6bzxiT9aACLcBGAs/s1600/ácido-base.webp

²Imagen tomada de <https://www.elsevier.es/es-revista-educacion-quimica-78-articulo-titulaciones-acido-base-con-el-empleo-S0187893X14705221>

1.1.2. Curvas de titulación

Una curva de titulación es una gráfica de alguna variable asociada a la concentración en función del volumen de titulante agregado. Generalmente, se dan dos tipos de curvas: la sigmoidea y la de segmento lineal [1]. Para el trabajo desarrollado se tuvo en cuenta la curva del tipo sigmoidea, como se muestra en la figura 1.3. La misma corresponde a una titulación de 50 mL de HCl 0,0500 M con NaOH 0,100 M, y el punto final coincide con el punto de inflexión de la curva, característica que permite determinar de manera aproximada el punto de equivalencia.

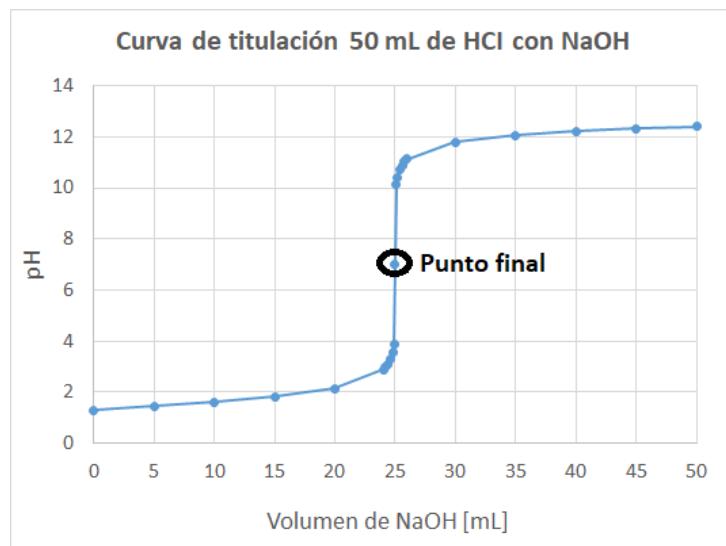


FIGURA 1.3. Curva de titulación del tipo sigmoidea.

Generalmente, el analista químico recurre a las curvas de la primera y segunda derivada del pH respecto al volumen añadido para poder calcular de manera efectiva el punto final. En la figura 1.3 se muestran las curvas de las derivadas correspondientes a la titulación de HCl con NaOH. Se puede observar que el punto final coincide con un máximo en la curva de la primera derivada y con un cruce por 0 en la curva de la segunda derivada.

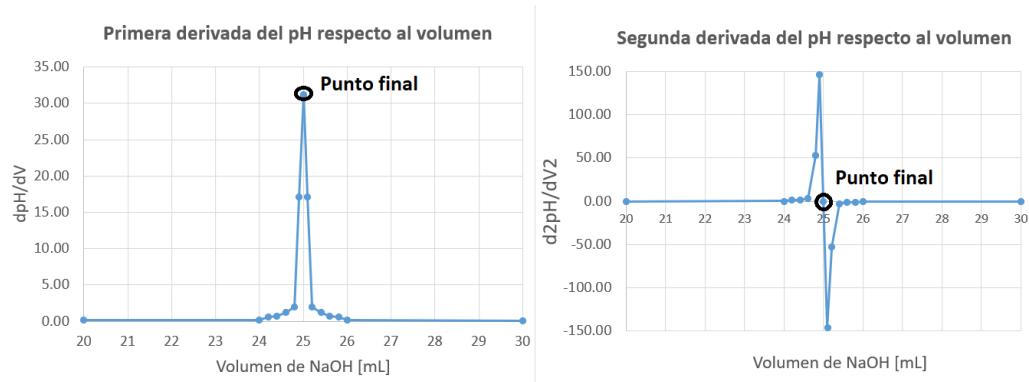


FIGURA 1.4. Primera y segunda derivada del pH respecto al volumen.

1.1.3. Potenciometría

La potenciometría se basa en la medición del potencial entre celdas electroquímicas. Para llevar a cabo esta medición se utilizan dos electrodos: un electrodo de referencia con potencial conocido e independiente de la solución analizada, y un electrodo indicador, cuya tensión varía en función de la actividad del analito. Ambos electrodos están separados por un puente salino que previene que los componentes de la disolución de analito se mezclen con los componentes del electrodo de referencia, tal y como se muestra en la figura 1.5 [1].

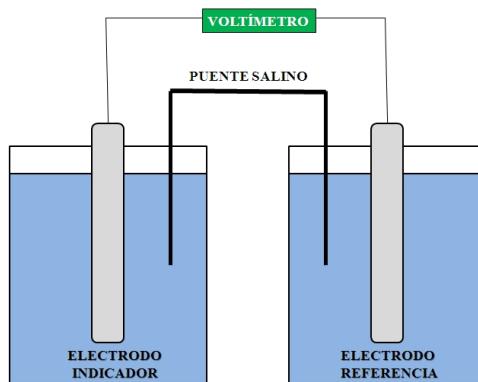


FIGURA 1.5. Curva de titulación del tipo sigmoidea³.

1.2. Descripción de tituladores automáticos

Un titulador automático es un dispositivo que agrega titulante en la solución a analizar y registra alguna variable física por cada unidad de volumen o masa de titulante agregada. En base a esos datos, se puede elaborar la curva de titulación y calcular el volumen o masa en el punto final. Existen diferentes tipos de tituladores que se usan para diferentes análisis, como por ejemplo el titulador potenciométrico, el de conductividad o el Karl Fischer, entre otros [2].

Un titulador potenciométrico automático hace uso de un electrodo para medir el potencial de la celda a la vez que inyecta el titulante mediante el uso de algún sistema de dosificación, y registra cada valor potencial en mV o en pH en función de la cantidad de volumen añadido. Estos valores son visualizados en una pantalla y, generalmente, son almacenados en una memoria para poder transferir los datos a una computadora.

Este tipo de dispositivo suele incluir otros accesorios, como un agitador o un sensor de temperatura. El agitador puede estar formado por un motor con una hélice que permite acelerar el proceso de mezcla entre el titulante añadido y la solución, para que el cambio en el potencial se visualice de manera más rápida, mientras que el sensor de temperatura permite corregir el valor de pH cuando no se trabaja con muestras a temperatura ambiente. En la figura 1.6 se observa un ejemplo de un titulador comercial para titulaciones del tipo ácido-base.

³Imagen tomada de <https://www.lifeder.com/potenciometria/>



FIGURA 1.6. Ejemplo de titulador automático. Marca THERMO SCIENTIFIC⁴.

1.3. Estado del arte

Existen gran variedad de tituladores potenciométricos automáticos en el mercado con diferentes características. La tabla 1.1 ilustra una comparativa entre algunos modelos de tituladores que disponen diferentes laboratorios de la región. El principal punto a tener en cuenta es la exactitud que, en los casos analizados, se mide en un porcentaje de la capacidad de la bureta que contiene el titulante. Por ejemplo, para una bureta de 20 mL, que es la que incluyen estos tituladores, la exactitud sería de 0,02 mL para los modelos Kem AT710 y Hanna HI901C1-01, y de 0,04 mL para el modelo Mettler Toledo G20. Otra característica importante son las opciones que tiene el usuario de interactuar con el titulador, que incluyen un display LCD y botones o panel táctil, conexión para impresora y unidad de almacenamiento, y capacidad de agregar un teclado o pantalla externa.

TABLA 1.1. Comparativa de tituladores comerciales.

Marca y modelo	Exactitud	Display	Interfaces
Kem AT710	0,1 %	5,7"	RS232, USB
Mettler Toledo G20	0,2 %	5,7"Touch	Ethernet, COM, USB
Hanna HI901C1-01	0,1 %	5,7"	VGA, USB, RS232

Además de los datos mencionados en la tabla, cabe destacar que todos los tituladores tienen la capacidad de adicionar un sensor de temperatura y de cambiar el modelo de electrodo para poder realizar diferentes tipos de titulaciones potenciométricas. Debido a que la adquisición de los tituladores comerciales se justifica en laboratorios con gran número muestras a analizar y con diferentes tipos de titulaciones, diversos autores han propuesto alternativas para automatizar el proceso

⁴Imagen tomada de <https://www.equiposylaboratorio.com/portal/productos/titulador-automatico-thermo-scientific-start9100-orion-star-t910>

para laboratorios pequeños o con fines educativos [3][4][5]. Estos trabajos incluyen el manejo de una bomba peristáltica y de un potenciómetro conectados a una computadora [3]; el diseño de un sistema de dosificación para titulaciones [4]; y el diseño de un titulador que usa una bomba peristáltica y adapta la señal que entrega un electrodo de pH [5].

1.4. Motivación

El desarrollo de un titulador automático surgió de la iniciativa del grupo de I+D GISAI (Grupo de Investigación Sobre Aplicaciones Inteligentes), perteneciente a la UTN FRSFco, con el fin de encarar un proyecto multidisciplinario en el que se involucren las cuatro carreras de ingeniería de la facultad. Luego de confirmar los integrantes del proyecto, se decidió en conjunto construir un titulador de bajo costo para el laboratorio de servicios de química, ya que los tituladores comerciales son económicamente inaccesibles para universidades y laboratorios en los que existe una frecuencia baja de muestras a analizar. Una vez planteado el proyecto, se dividieron los objetivos particulares de cada área disciplinaria, los cuales se detallan a continuación:

- Ingeniería Química: encargada de establecer los requerimientos y de validar el prototipo.
- Ingeniería Electrónica: encargada de diseñar e implementar el sistema embebido que controle el proceso de titulación.
- Ingeniería Electromecánica: encargada de diseñar y desarrollar la bomba y otros componentes mecánicos, como la carcasa.
- Ingeniería en Sistemas de Información: encargada de elaborar el software que procesará los datos entregados por el titulador y otros datos asociados a la muestra analizada y al cliente que lo solicita.

En esta memoria se describen las tareas realizadas dentro del área de Ingeniería Electrónica, cuyos objetivos y alcances se encuentran detallados en la sección 1.5.

1.5. Objetivos y alcance

El trabajo realizado consistió en desarrollar el prototipo de un sistema embebido que permita automatizar y controlar el método de titulación potenciométrica.

El trabajo incluye:

- Una interfaz de usuario que permite realizar las configuraciones correspondientes, calibrar el dispositivo, y dar inicio y fin al proceso de titulación.
- La visualización de la curva de pH respecto al tiempo.
- El control de la bomba que inyecta el titulante en la solución a analizar.
- El cálculo y visualización del volumen del titulante en el punto final.
- El almacenamiento de los datos del ensayo en una memoria SD.
- La visualización de los datos del ensayo en una página web, a través de una conexión Wi-Fi local.

El trabajo no incluye:

- El manejo del dispositivo de manera remota.
- El diseño de la carcasa u otras partes mecánicas.

En el diagrama de la figura 1.7 se muestra como interactúa el sistema desarrollado con las partes intervinientes. El sistema embebido es el encargado de controlar el volumen de titulante que la bomba agrega a la solución, y de leer el valor de pH obtenido por el electrodo. Una vez obtenidos todos los valores del proceso, los almacena en una tabla y calcula el volumen correspondiente al punto final. Ambos datos son almacenados en una memoria SD y en un servidor web para su posterior procesamiento por el software de la computadora.

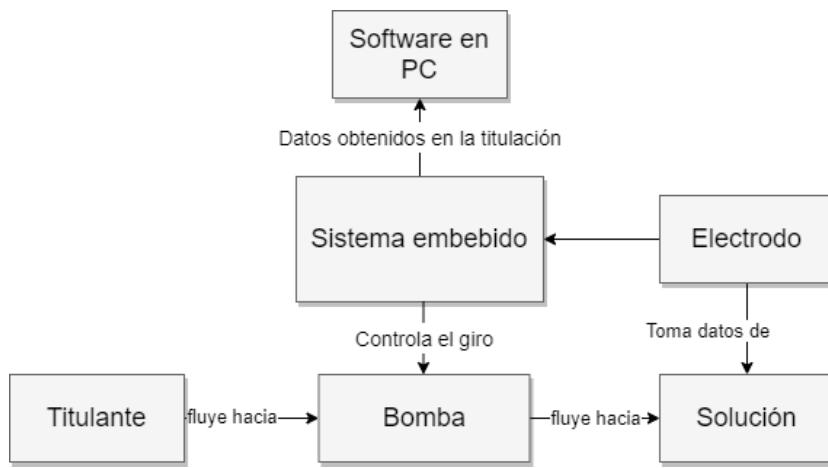


FIGURA 1.7. Diagrama en bloques simplificado.

Capítulo 2

Introducción específica

En este capítulo se realiza una revisión detallada de los dispositivos y tecnologías utilizados, con el fin de comprender su funcionamiento específico y el rol que toman en el trabajo realizado. Además, se detallan los requerimientos establecidos en conjunto con el cliente.

2.1. Electrodos de pH

Un electrodo muy usado hoy en día es el electrodo combinado, que está formado por dos electrodos dentro del mismo encapsulado. En la figura 2.1 se observa un electrodo combinado que está formado por un electrodo de referencia, que consiste en un alambre clorurado de plata en una solución de KCl saturada, y un electrodo indicador, formado por el alambre clorurado de plata más una membrana de vidrio sensible al pH [6].

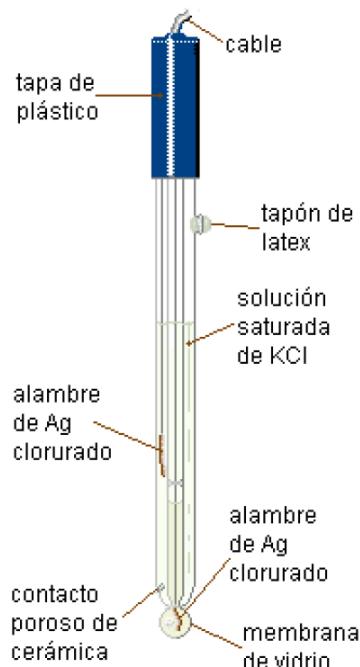


FIGURA 2.1. Electrodo combinado de pH de Ag/AgCl¹.

¹Imagen tomada de http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/ELECTRODOSDEMEDI DAYDEREFERENCIA_22645.pdf

El potencial de un electrodo está dado por la ecuación de Nernst, que se puede escribir de manera simplificada como muestra en la ecuación 2.1 .

$$E = E_0 + kpH \quad (2.1)$$

donde E es el potencial corregido del electrodo, E_0 es el potencial en condiciones estándar (valores tabulados), k una variable que depende de la temperatura y pH es el valor de pH de la muestra [6].

En este trabajo se utilizó el electrodo comercial marca HANNA HI-1230B de la figura 2.2. Este electrodo permite realizar titulaciones potenciométricas ácido-base para detectar nitrógeno en suelo y alcalinidad en agua, análisis realizados normalmente en el laboratorio de la facultad. Específicamente, este electrodo es de plata sumergido en una disolución de cloruro de potasio que se ha saturado con cloruro de plata, y presenta un potencial de 0 mV para un valor de pH de 7,01, y una pendiente de -0,0174pH/mV. En base a estos datos se puede crear la recta que relaciona el potencial del electrodo con el valor de pH y que está dada por la ecuación 2.2:

$$pH = -0,0174E + 7,01 \quad (2.2)$$

donde E es el potencial entregado por el electrodo y pH es el valor correspondiente de pH de la muestra a 25 °C. Para una muestra con pH 0 la salida del electrodo es de 402,8 mV y para una muestra de ph 14 el potencial es de -401,7 mV.

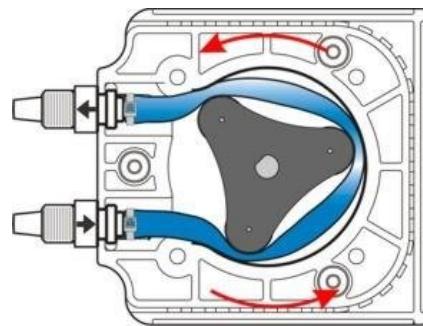


FIGURA 2.2. Electrodo HANNA HI-1230B.

2.2. Bombas peristálticas

Una bomba peristáltica es un tipo de bomba hidráulica que se emplea para transportar diferentes tipos de líquidos, y generalmente es usada cuando se emplean fluidos limpios o estériles ya que el mecanismo de la bomba no los contamina al desplazarlos [7].

Está formada por una manguera flexible situada dentro de la cubierta de la bomba, que puede ser circular o lineal, y un rotor compuesto por varios rodillos que comprimen la manguera, tal y como se muestra en la figura 2.3. Cuando el rotor gira, se genera un vacío que hace que el líquido ingrese y fluya por la manguera.

FIGURA 2.3. Bomba peristáltica².

Para este trabajo se utilizó la bomba desarrollada por el área de electromecánica, que hace uso de un motor paso a paso bipolar Nema 17 marca Usongshine [8], como se aprecia en la figura 2.4. Este motor trabaja en un rango de voltaje entre 5 y 36 V, con corriente máxima de 1,7 A, y se desplaza de 1.8° por paso, por lo que para producir un giro debe realizar 200 pasos.



FIGURA 2.4. Bomba peristáltica utilizada. Vista del motor.

La carcasa, el rotor y la cubierta exterior están impresas con ácido poliláctico (PLA) Grilon y contiene dos tipos de mangueras: una manguera PharMed BPT [8] de 4 mm de diámetro exterior y 0,8 mm de diámetro interior que soporta las deformaciones cíclicas producidas por los rodillos del rotor, y dos mangueras genéricas de silicona para los tramos de entrada y salida. En las figura 2.5 se observan los componentes mencionados.

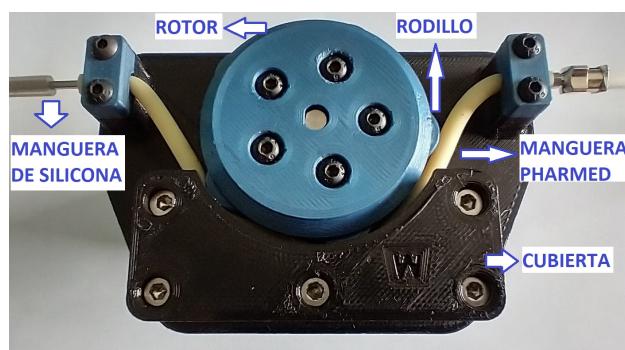


FIGURA 2.5. Bomba peristáltica utilizada. Vista de los rodillos.

²Imagen tomada de https://www.researchgate.net/figure/Figura-3-Principio-de-funcionamiento-de-una-bomba-peristaltica-de-3-rodillos_fig2_275959587

2.3. Módulos de hardware

Dado que el alcance del trabajo no incluyó el diseño de un hardware *ad hoc*, se buscaron distintos módulos que satisfagan las necesidades y simplifiquen la tarea de armar el prototipo. Esto permitió también dedicarle más tiempo al desarrollo de firmware. En cada una de las siguientes secciones se describen los módulos utilizados.

2.3.1. Microcontrolador ESP32

Para el desarrollo del prototipo se utilizó la placa de desarrollo ESP32-DevKitC de la figura 2.6. Esta placa contiene un módulo ESP32 con Wi-Fi y Bluetooth integrado y un sistema de doble núcleo, cada uno con una CPU Xtensa LX6 de 32 bits [9].



FIGURA 2.6. Placa de desarrollo ESP32-DevKitC.

Las principales características de esta placa de desarrollo que se tuvieron en cuenta para la realización del trabajo son las siguientes:

- Clock a 160 MHz.
 - 4 MB de memoria flash.
 - 22 entradas/salidas de propósito general accesibles.
 - 4 pines de solo entrada accesibles.
 - Wi-Fi: 802.11 b/g/n.
 - ADC de 12 bits de hasta 18 canales.
 - 3 controladores UART
 - Controlador host SD
 - PWM

Para el desarrollo del *firmware* se utilizó el *framework* ESP-IDF de Espressif Systems, que ofrece una API para trabajar con sistemas operativos de tiempo real. La API utiliza una versión de FreeRTOS adaptada al doble núcleo del procesador, que permite decidir en qué núcleo se ejecuta cada tarea, así como también ofrece funciones dedicadas al resto de los periféricos mencionados anteriormente [10].

2.3.2. Pantalla táctil

Los tituladores comerciales cuentan con una pantalla a través de la cual se muestra una interfaz de usuario que permite acceder a las configuraciones y controlar las distintas funciones. En algunos casos, la pantalla está acompañada por un teclado y en otros casos, cuenta directamente con un panel táctil. Para este trabajo se decidió optar por la segunda opción ya que permite mayor flexibilidad a la hora de realizar cambios en la interfaz.

Entre las opciones disponibles en el mercado, se eligió el módulo MCUFRIEND de la figura 2.7 que contiene una pantalla LCD de 2,4" con un panel táctil y un lector de tarjetas SD. El control de la pantalla táctil se realiza a través de 5 pines de control y 8 pines de datos, mientras que el control del módulo SD se realiza mediante una comunicación SPI [11].

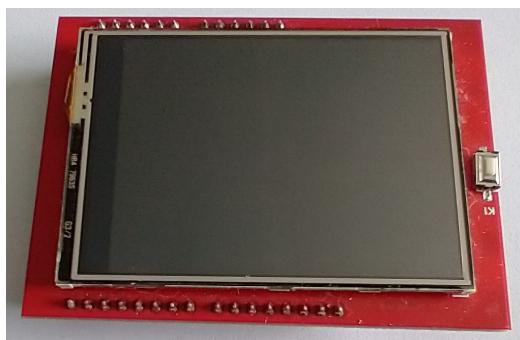


FIGURA 2.7. LCD táctil MCUFRIEND.

2.3.3. Microcontrolador ATmega328p

Para el control de la pantalla táctil se optó por usar un microcontrolador ATmega328p, como el de la figura 2.8. Se trata de un microcontrolador de 8 bits, que trabaja a una frecuencia de hasta 20 MHz, con 23 pines de entrada/salida y un puerto para la comunicación UART, entre otros periféricos [12].

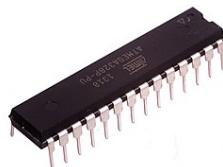


FIGURA 2.8. Microcontrolador ATmega328p³.

Se decidió utilizar este microcontrolador como interfaz intermedia entre el ESP32 y la pantalla táctil por los siguientes motivos:

- Se reduce la cantidad de pines del ESP32 necesarios para el control de la pantalla.
- Existe una librería para el módulo MCUFRIEND optimizada para este microcontrolador [13].

³Imagen tomada de <https://es.wikipedia.org/wiki/Atmega328>

2.3.4. Driver para motor

Previamente, en la sección 2.2, se mencionó que la bomba utiliza un motor paso a paso. Para que el módulo ESP32 pueda controlarlo, es necesario utilizar un *driver* que otorgue los niveles de tensión y corriente adecuados para su correcto funcionamiento.

Para este trabajo se utilizó el módulo DRV8825 [14] de la figura 2.9, que permite el manejo de motores paso a paso de hasta 2,5 A. Para el control del motor dispone de dos pines. El primero de ellos permite definir el sentido de giro según reciba un 0 o un 1 lógico, mientras que el otro produce el desplazamiento de un paso cada vez que detecta un flanco de subida ascendente. De esta forma, mediante una onda cuadrada se puede producir el giro de manera continua a una velocidad directamente proporcional a la frecuencia de la onda.

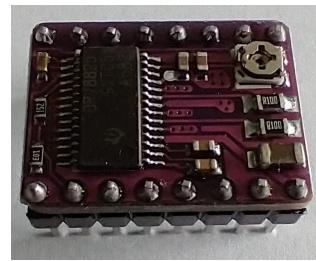


FIGURA 2.9. *Driver* para motor paso a paso DRV8825.

Además, el DVR8825 tiene la posibilidad de utilizar la técnica de *microstepping* hasta una relación de 1/32, lo que permite multiplicar la cantidad de pasos que puede dar el motor para completar una vuelta. De esta manera, se puede aumentar la resolución de giro, es decir, disminuir el ángulo de paso del motor, lo que se traduce a una menor cantidad de volumen inyectada por cada paso.

2.3.5. Módulo de adaptación para electrodo

En la sección 2.1 se mencionó que el electrodo entrega un potencial que depende del pH de la muestra y se ubica entre -401,7 y 402,8 mV. Para poder procesar estos valores con el ADC del ESP32, cuyo rango de entrada es de 0 a 3500 mV, es necesario amplificar la señal, adaptar niveles de tensión para que estén dentro de un rango positivo y adaptar impedancias. Por ello, se utilizó el módulo pH-4502C [15] de la figura 2.10.

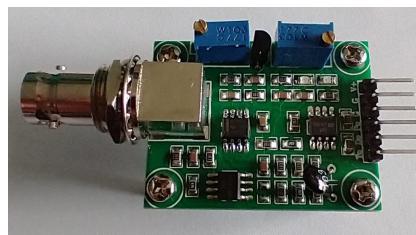


FIGURA 2.10. Módulo pH-4502C.

Este módulo está formado por dos etapas. En primer lugar, está la etapa que permite modificar la tensión de referencia, que está formada por un amplificador operacional en configuración de seguidor de tensión y un divisor resistivo con un potenciómetro, como se muestra en la figura 2.11.

El potenciómetro RV1 permite modificar el nivel de tensión que se tiene en la entrada del electrodo de referencia. De esta forma, se eleva el piso de tensión para evitar que la diferencia de potencial del electrodo indicador respecto al electrodo de referencia sea negativa.

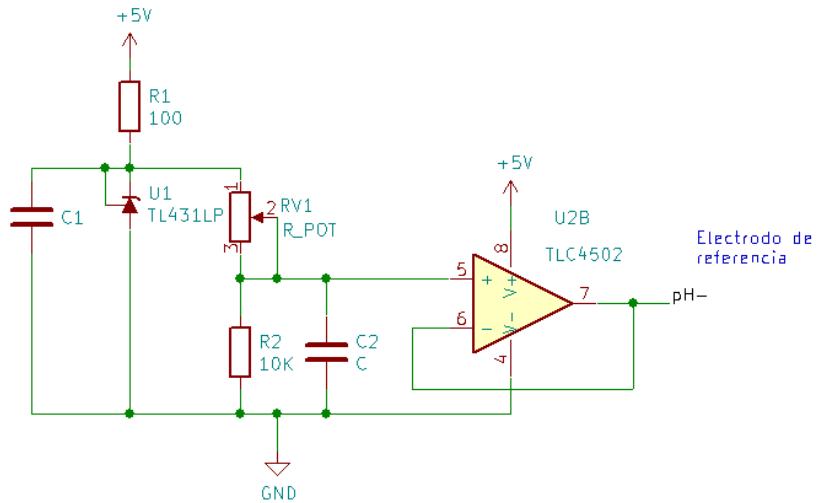


FIGURA 2.11. Etapa de referencia.

En segundo lugar, el módulo posee la etapa de amplificación de señal que muestra la figura 2.12. Esta utiliza un amplificador operacional con una configuración del tipo no inversor y con una ganancia de 2.

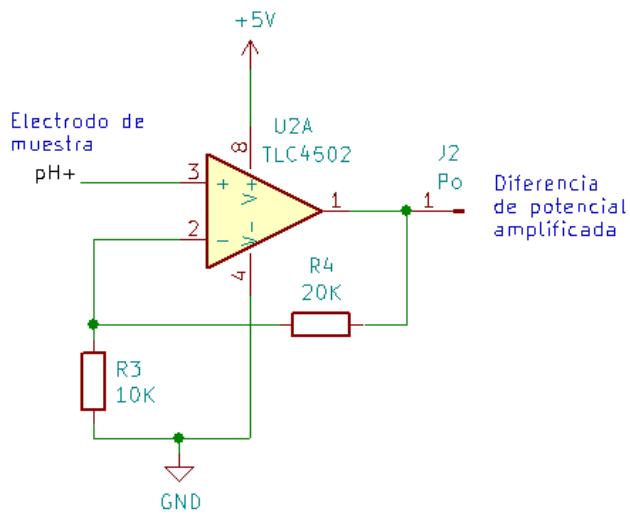


FIGURA 2.12. Etapa de amplificación.

2.4. Requerimientos

En esta sección se detallan los requerimientos del sistema que fueron planteados en el plan de trabajo, con ligeros cambios que surgieron durante el desarrollo del trabajo.

■ Interfaces Externas

- El hardware debe contar con una pantalla TFT táctil. [TPA-ERH-01-REQ001]
- El hardware debe contar con un lector de tarjetas SD. [TPA-ERH-01-REQ002]
- El hardware debe contar con un *driver* para un motor paso a paso Nema 17. [TPA-ERH-01-REQ003]
- El hardware debe contar con una entrada para un electrodo de pH. [TPA-ERH-01-REQ004]

■ Funciones

- El usuario debe poder elegir mediante la pantalla táctil el volumen de corte de la titulación. [TPA-ERS-01-REQ001]
- El usuario debe poder elegir mediante la pantalla táctil si utilizar o no el agitador. Cuando el proceso de titulación comienza, el agitador debe activarse si así lo indicó el usuario. [TPA-ERS-01-REQ002]
- El usuario debe poder realizar mediante la pantalla táctil el proceso de calibración. [TPA-ERS-01-REQ003]
- Los valores de potencial obtenidos en el proceso de la calibración se deben guardar en la memoria flash del ESP32. [TPA-ERS-01-REQ004]
- El valor de pH se debe calcular de manera proporcional a la recta de ajuste de los valores de potencial obtenidos en la calibración. [TPA-ERS-01-REQ005]
- El usuario debe poder dar inicio al proceso de titulación mediante la pantalla táctil. [TPA-ERS-01-REQ006]
- Durante la titulación, la pantalla debe mostrar el valor actual leído en mV y en pH y una gráfica de pH en función del tiempo. [TPA-ERS-01-REQ007]
- Cada valor de volumen añadido junto al valor de potencial asociado durante el proceso de titulación deben almacenarse en un archivo de texto en la tarjeta SD. No es necesario que esto se haga en tiempo real. [TPA-ERS-01-REQ008]
- Cada valor de volumen añadido junto al valor de potencial asociado durante el proceso de titulación deben mostrarse en una página web almacenada en la memoria flash, una vez finalizada la titulación. [TPA-ERS-01-REQ009]
- El usuario debe poder acceder a la página web mediante una conexión Wi-Fi. No es necesario que esto se haga en tiempo real. [TPA-ERS-01-REQ010]

- El sistema debe ser capaz de leer y mostrar el potencial entregado por un electrodo de pH, con una resolución de 1 mV para la lectura del potencial y de 0,01 pH para su conversión a pH. [TPA-ERS-01-REQ011]
 - El sistema deberá inyectar una cantidad de 0,1 mL y luego esperar 5 segundos para realizar la medición de pH. La cantidad inyectada puede ser de 1 mL si el cambio de pH entre las últimas dos mediciones es menor a 0,2. [TPA-ERS-01-REQ012]
 - El sistema debe dejar de agregar titulante cuando se alcanza la cantidad de volumen indicada por el usuario como volumen de corte. [TPA-ERS-01-REQ013]
- Requisitos de Rendimiento
- El sistema debe ser capaz de realizar titulaciones que involucren una cantidad máxima de 100 ml. [TPA-ERS-01-REQ014]
- Restricciones de Diseño
- Se utiliza el módulo ESP32 como computadora principal. [TPA-ERS-01-REQ015]
 - Se utiliza la pantalla táctil MCUFRIEND 2,4" como interfaz de usuario. [TPA-ERS-01-REQ016]

Capítulo 3

Diseño e implementación

En este capítulo se detallan los componentes de *firmware* y hardware diseñados e implementados, su interrelación y los criterios seguidos.

3.1. Arquitectura del sistema

Para abordar el trabajo realizado, en esta sección se expone la arquitectura general del sistema embebido implementado, esquematizada en el diagrama de la figura 3.1. Luego, en las siguientes secciones, se detallan cada uno de los componentes de manera individual.



FIGURA 3.1. Diagrama en bloques del trabajo realizado.

El componente principal del sistema es el ESP32, que tiene como función coordinar cada una de las partes intervenientes. A través de una comunicación del tipo UART con el ATmega328p, recibe las órdenes ingresadas a través de la pantalla táctil para realizar las configuraciones o funciones que solicite el usuario.

Por otro lado, el ESP32 realiza el control del motor de la bomba a través del *driver* DVR8825. La bomba se utiliza en dos procesos: limpieza y titulación. La limpieza se utiliza para purgar la bomba previo al proceso de titulación y para eliminar los restos de titulante que quedan en las mangueras al finalizar el proceso.

Otra de las funciones del ESP32 es realizar la medición del pH de la muestra. Para eso utiliza el conversor ADC que lee el valor de potencial entregado por el módulo pH-4205C. Esta medición se utiliza en la calibración y en la titulación.

Por último, el ESP32 se encarga de registrar las mediciones de pH y la cantidad de volumen que dosifica la bomba. Estos valores se almacenan en una memoria micro SD que también puede ser visualizados a través de una página web.

Para realizar las actividades mencionadas previamente, el ESP32 ejecuta tres tareas: la tarea encargada de la comunicación UART con el ATmega328p, que se ejecuta en el núcleo 0, y las tareas de medición del electrodo y de control de la bomba, que se ejecutan en el núcleo 1. Además, existe un controlador de eventos, que se ejecuta sobre el núcleo 0 cuando alguien accede a la página web. En las siguientes secciones estas tareas son desarrolladas con mayor profundidad.

3.2. Medición del electrodo

La medición del electrodo se ejecuta en el contexto de una tarea de FreeRTOS. El objetivo de esta tarea es obtener el valor del conversor ADC, que proviene del módulo pH-4502C, y es ejecutada durante los procesos de calibración y de titulación. En el código 3.1 se muestra el pseudocódigo de la tarea de medición del electrodo. En la línea 4 se realiza la configuración del ADC utilizado, el cual se habilita con una resolución de 12 bits en el pin correspondiente al canal 6 del ADC número 1.

La lectura del valor del ADC se acumula en la variable sumaAdc durante las N iteraciones del bucle *for* de la línea 9. Estas iteraciones se realizan cada un intervalo de 10 ms y, al finalizar el bucle *for*, el valor total se divide por la cantidad de muestras realizadas, como se muestra en la línea 15. Esto permite promediar el valor leído y así reducir el ruido presente en la conversión, tal y como sugiere la página oficial del ESP32 [16]. Cabe destacar que el acceso a la variable valorAdc está protegido por una sección crítica, entre líneas 14 y 16, ya que el resto de las tareas también pueden acceder a la variable cuando precisan calcular el valor de pH.

```

1 void tareaElectrodo (void *arg)
2 {
3     //Configuracion de resolucion y pin del ADC
4     configuracionADC(12 bits , pin);
5     uint32_t sumaAdc = 0;
6
7     while(true)
8     {
9         for (int i=0; i< N_MUESTRAS; i++)
10        {
11            sumaAdc = sumaAdc + lecturaADC(pin);
12            vTaskDelay(10 mS);
13        }
14        inicioSeccionCritica();
15        valorAdc = sumaAdc / N_MUESTRAS;
16        finSeccionCritica();
17        sumaAdc = 0;
18    }
19 }
```

CÓDIGO 3.1. Pseudocódigo de la tarea de medición de pH.

3.3. Proceso de calibración

En todo equipo de medición es importante asegurar que los valores sean confiables a lo largo del tiempo. Debido a que las propiedades de los electrodos varían a lo largo de su vida útil, es fundamental que un titulador automático disponga de un proceso de calibración que permita realizar los ajustes necesarios de manera periódica.

La calibración de electrodos de pH se realiza mediante la utilización de *buffers*, que son patrones de medición en estado líquido, de pH 4, 7 y 10. Esto permite asociar el potencial que entrega el electrodo a su valor de pH correspondiente y crear la ecuación de la recta que mejor se ajuste a estos tres puntos, ya que, como se menciona en la ecuación 2.2 del capítulo 2, el valor de pH de la muestra es inversamente proporcional a la diferencia de potencial que entrega el electrodo.

En este trabajo se incluye un proceso de calibración que el usuario puede acceder desde el menú de la pantalla táctil. El diagrama de la figura 3.2 muestra este procedimiento.

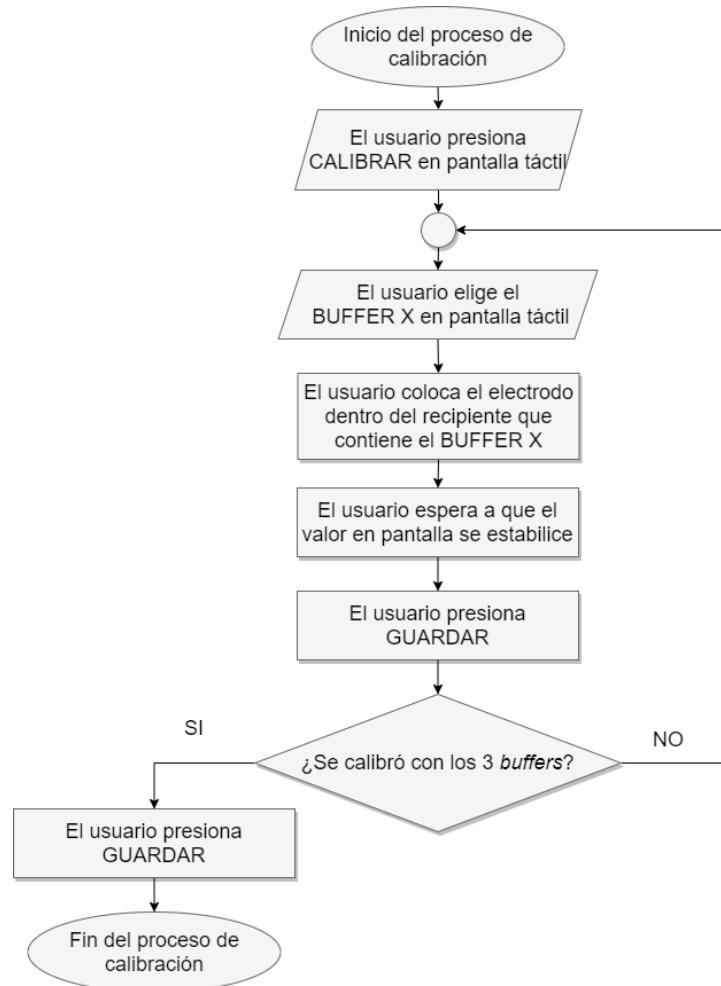


FIGURA 3.2. Diagrama de flujo del proceso de calibración.

El usuario debe realizar la calibración con cada uno de los tres patrones mencionados. Para ello, el electrodo debe estar en contacto con el *buffer* durante unos segundos hasta que el valor de la medición se estabilice. En ese momento, el usuario puede guardar el valor leído por el ADC, el cual queda asociado al valor de pH del patrón utilizado. Una vez realizado el proceso para los tres *buffers*, se obtienen tres puntos con los cuales se puede construir la recta de regresión, que es la recta que mejor se ajusta a estos tres puntos. De este cálculo, surge la pendiente m y la ordenada al origen b , que son valores que se almacenan en la memoria flash no volátil del ESP32, y se utilizan en la ecuación 3.1. Esta ecuación se ejecuta cada vez que el ESP32 necesita convertir la variable *valorADC* a un valor de pH.

$$pH = m * valorAdc + b \quad (3.1)$$

3.4. Control de la bomba

El control del motor de la bomba se realiza a través del *driver* DVR8825. Este fue configurado, mediante hardware, con el *microstepping* en 1/32. Esto significa que el motor debe realizar 6400 micropasos para producir un giro completo. Los pines de dirección y de paso están conectados a dos pines del ESP32. El pin de dirección fue configurado mediante software para producir el sentido de giro que permite desplazar el titulante desde su recipiente hasta el de la muestra. En cuanto al pin de paso, este es controlado por PWM, que genera una onda cuadrada de 10 KHz. Esto se traduce a una velocidad de 93,75 rpm en el eje del motor.

Las configuraciones de software mencionadas anteriormente se realizan al inicio de la tarea de control de la bomba, en el bloque correspondiente a configuración de PWM del diagrama que muestra la figura 3.3.

Una vez realizadas las configuraciones, la tarea de control de la bomba tiene la posibilidad de ejecutar dos funciones según lo que decida el usuario a través de la pantalla táctil. Una de las opciones es el proceso de limpieza, en el cual simplemente se activa la bomba, es decir, se habilita el PWM que produce la onda cuadrada que llega al pin de paso del DVR8825 y genera el giro del motor. Este proceso se ejecuta hasta que el usuario decida detenerlo.

La otra función corresponde al proceso de titulación. El requerimiento TPA-ERS-01-REQ012 establece que es necesario inyectar 0,1 mL y luego realizar una espera de 5 segundos antes de realizar la medición de pH. Esta cantidad de volumen se logra cuando el motor produce 11500 micropasos, lo que equivale a que el PWM esté activado durante 1150 ms, valor definido mediante la etiqueta T-CORTO. Además, el requerimiento contempla que, para cuando la variación de pH entre dos mediciones sea menor a 0,2, se puede inyectar 1 mL en lugar de 0,1 mL, por lo cual se define la etiqueta T-LARGO en 11500 ms. Esto es útil para agilizar el proceso, especialmente al inicio de la titulación, donde el pH varía de manera lenta a medida que se agrega volumen, como se mostró anteriormente en la figura 1.3. Las pruebas que permitieron llegar a estos valores son mencionadas en el capítulo 4.

Ya definidas las configuraciones y los tiempos para cada cantidad del volumen, el proceso de titulación inicia con la activación del PWM que produce el giro de la bomba hasta alcanzar la cantidad de 1 mL de titulante inyectado. Llegado a este punto, se produce una espera de 5 segundos y luego se almacena el valor

leído por la tarea del electrodo junto con la cantidad de volumen acumulado. El proceso se repite hasta que la diferencia entre las dos últimas mediciones del electrodo supere un umbral, equivalente aproximadamente a 0,2 de pH. A partir de este momento, se modifica la cantidad de volumen inyectado a 0,1 mL pero el resto del procedimiento es el mismo.

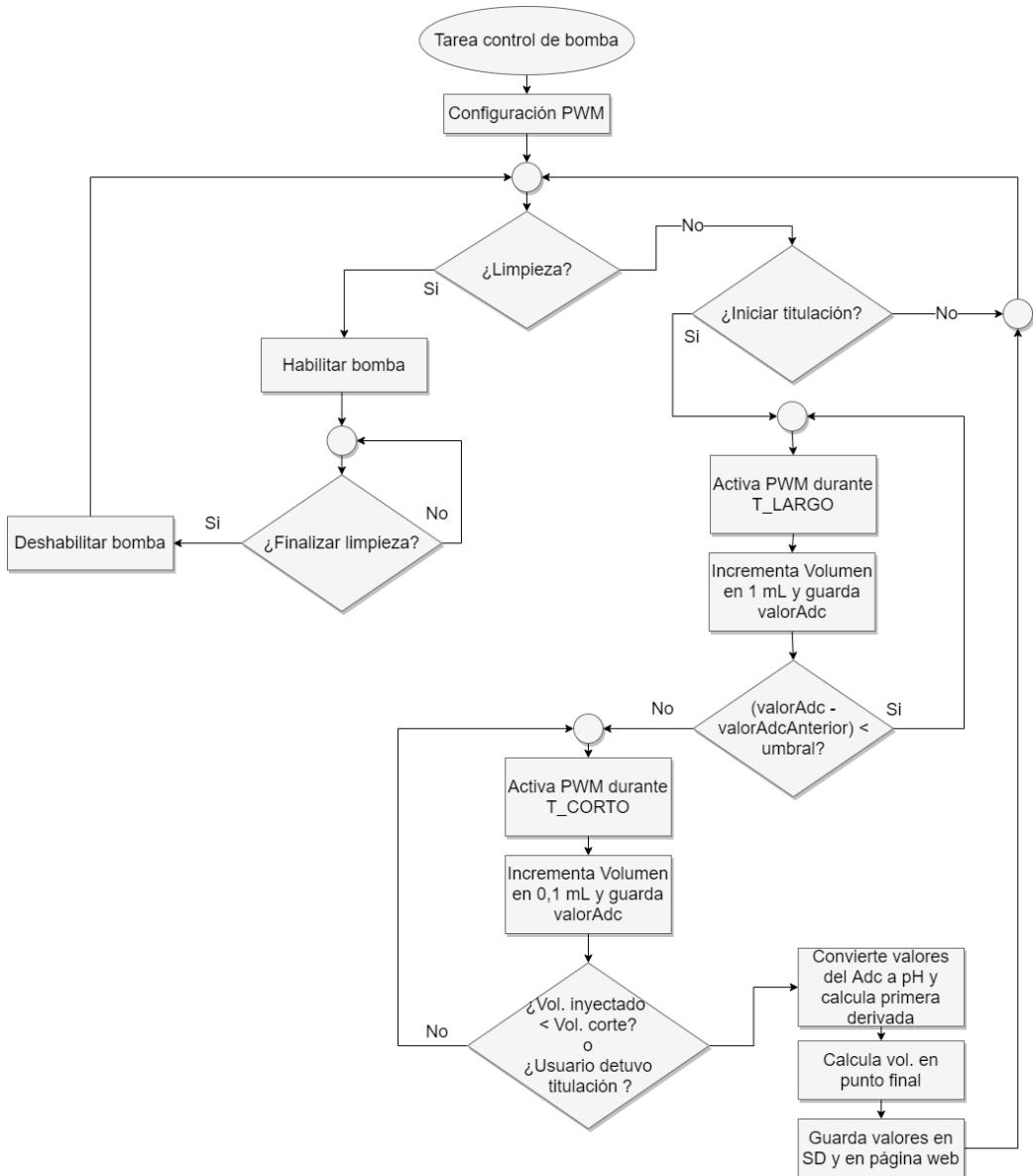


FIGURA 3.3. Diagrama de flujo de la tarea de control de la bomba.

Una vez alcanzado el volumen de corte, o si el usuario presiona el botón de finalizar, la bomba se detiene y se llama a una función que calcula el valor de pH para cada valor almacenado en el arreglo de mediciones del electrodo. Luego, se calcula el valor de la primera derivada del pH respecto al volumen para cada uno de los valores del arreglo y se determina el volumen en el punto final en base al valor máximo de la primera derivada. Todos los valores son almacenados en la memoria micro SD y en la página web. Finalmente, el valor de volumen en el punto final es mostrado en la pantalla.

3.5. Interfaz de usuario

La interfaz de usuario permite el acceso a todas las configuraciones y funciones que presenta el titulador. Está implementada a través de una pantalla táctil que permite navegar por un menú de diferentes pantallas, que fueron implementadas mediante la máquina de estados de la figura 3.4.

La máquina de estados se ejecuta en el ATMega328p y cada estado tiene una pantalla gráfica asociada con botones táctiles que permiten navegar entre las diferentes opciones. Por ejemplo, desde el menú inicial se puede acceder al menú de titulación a través del botón TITULAR.

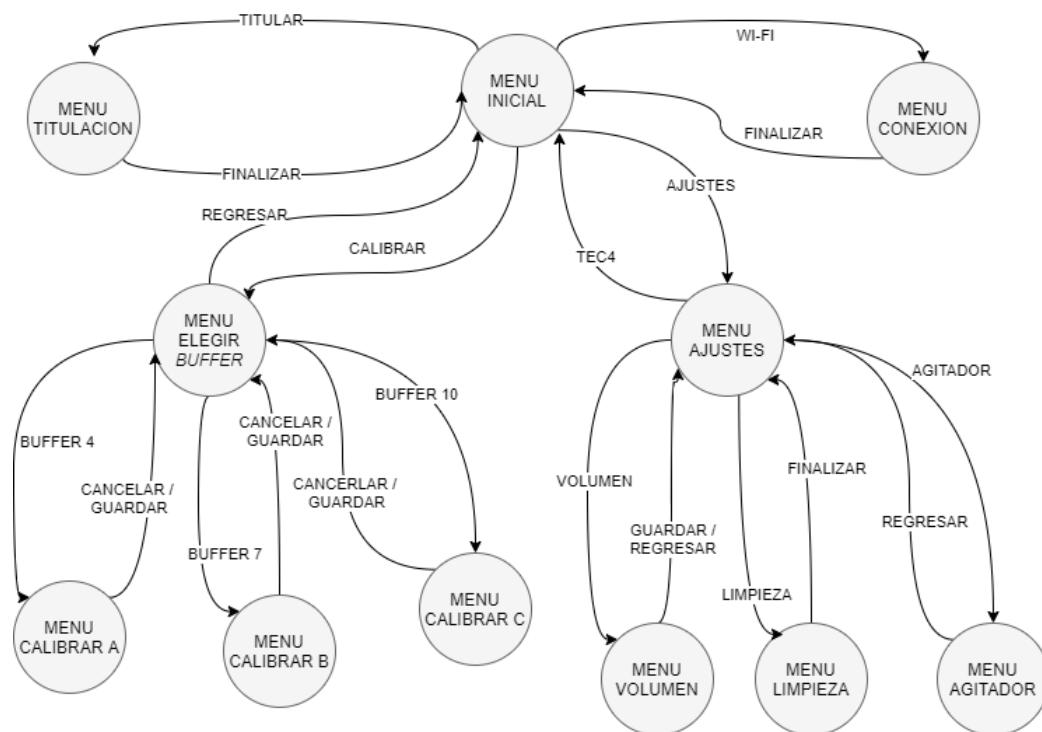


FIGURA 3.4. Máquina de estados finitos del menú de usuario.

A continuación se listan las características de cada uno de los estados:

- Menú inicial: es el estado en el cual se ingresa cuando se inicia el programa. Desde aquí se puede acceder a la calibración, a la titulación, al menú de ajustes y al menú de conexión.
- Menú elegir *buffer*: se utiliza para elegir el *buffer* con el cual se desea calibrar. Para completar el proceso de calibración de manera correcta, se debe ingresar en cada uno de los tres *buffers*. Al presionar REGRESAR se envía por UART que el proceso de calibración finalizó para que el ESP32 actualice la función correspondiente al cálculo del valor de pH.
- Menú calibrar A: es el estado en el cual se calibra usando el *buffer* de pH 4. En este estado el ATMega328p se comunica con el ESP32 para solicitarle el valor actual de pH. Este valor sirve como referencia para que el usuario presione GUARDAR una vez que la lectura sea estable. Al presionar GUARDAR, se envía la confirmación al ESP32 para que actualice el valor correspondiente al *buffer* de pH 4, y se regresa al menú de elegir *buffer*. En

caso de presionar regresar, vuelve al menú pero sin enviar la confirmación al ESP32.

- Menú calibrar B: es el estado en el cual se calibra usando el *buffer* de pH 7, y sigue el mismo procedimiento que el menú calibrar A.
- Menú calibrar C: es el estado en el cual se calibra usando el *buffer* de pH 10, y sigue el mismo procedimiento que el menú calibrar A.
- Menú titulación: es el estado en el cual se realiza el proceso de titulación, por ende, se envía un comando al ESP32 para que se ejecute la función de titulación dentro de la tarea de la bomba.
- Menú ajustes: es el estado que permite acceder a varias configuraciones.
- Menú volumen: es el estado que permite seleccionar el volumen de corte. Cuando se ingresa a este, se envía un comando al ESP32 para consultar el volumen de corte actual y mostrarlo en pantalla. Mediante un botón + y otro botón - se puede variar de a 1 mL este valor. Luego al presionar GUARDAR se envía el nuevo valor al ESP32, mientras que si se presionar REGRESAR vuelve al menú anterior sin hacer cambios.
- Menú limpieza: es el estado que permite purgar o limpiar las mangueras de la bomba. Aquí se envía un comando al ESP32 para que ejecute la función de limpieza dentro de la tarea de la bomba.
- Menú agitador: es el estado que permite habilitar o deshabilitar el uso del agitador. Tiene los botones ON y OFF que envian al ESP32 el comando correspondiente para activar o desactivar el agitador respectivamente.
- Menú conexión: es el estado que permitirá, en futuras versiones, acceder a configuraciones de la conexión Wi-Fi. Actualmente muestra la pantalla correspondiente pero no ejecuta ninguna acción.

Como se mencionó anteriormente, la máquina de estados funciona dentro del ATmega328p y en algunos estados se produce una comunicación mediante la UART con el ESP32 para el intercambio de la información necesaria. Esta comunicación se realiza utilizando comandos que representan determinadas acciones, algunos de los cuales van acompañados de algún valor o requieren determinada respuesta. A continuación, se describe cada uno de los comandos implementados:

- Comando "A": El ATmega328p le indica al ESP32 que inicie el proceso de calibración.
- Comando "B": El ATmega328p le indica al ESP32 que finalice el proceso de calibración. El ESP32 calcula la pendiente y la ordenada al origen de la ecuación 3.1.
- Comando "C": El ATmega328p le indica al ESP32 que convierta el valorAdc a pH y lo devuelva como respuesta.
- Comando "D": El ATmega328p le indica al ESP32 que el usuario guarde el valor actual de valorAdc como valor de calibración del *buffer* de pH 4.
- Comando "E": El ATmega328p le indica al ESP32 que el usuario guarde el valor actual de valorAdc como valor de calibración del *buffer* de pH 7.

- Comando "F": El ATmega328p le indica al ESP32 que el usuario guarde el valor actual de valorAdc como valor de calibración del *buffer* de pH 10.
- Comando "G": El ATmega328p le indica al ESP32 que inicie el proceso de titulación.
- Comando "I": El ATmega328p le indica al ESP32 que finalice el proceso de titulación, porque el usuario lo seleccionó.
- Comando "J": El ESP32 le indica al ATmega328p le indica al ESP32 el proceso de titulación finalizó, porque se alcanzó el volumen de corte.
- Comando "K": El ATmega328p le indica al ESP32 que inicie el proceso de limpieza.
- Comando "L": El ATmega328p le indica al ESP32 que finalice el proceso de limpieza.
- Comando "M": El ATmega328p le indica al ESP32 devuelva como respuesta el valor actual de volumen de corte.
- Comando "N": El ATmega328p le envía al ESP32 el valor de volumen de corte ingresado por el usuario.
- Comando "P": El ATmega328p le indica al ESP32 que habilite el agitador.
- Comando "Q": El ATmega328p le indica al ESP32 que deshabilite el agitador.

3.6. Almacenamiento de datos

El almacenamiento de datos es una característica importante en este tipo de dispositivos ya que permite registrar los resultados de cada titulación para su posterior análisis en una computadora. Como método de almacenamiento se decidió utilizar una memoria del tipo micro SD, para sacar provecho del módulo que trae integrado la placa MCUFRIEND.

La API ESP-IDF incorpora funciones de alto nivel para la configuración, lectura y escritura de memorias SD a través del bus SPI. Para este trabajo se creó un módulo de *firmware*, formado por un archivo denominado sd.c asociado al archivo sd.h, que ofrece funciones para inicializar la SD y escribir en ella.

El pseudocódigo de la función inicializarSD se muestra en el código 3.2. Este se llama desde la función principal, previo a la creación de tareas, y hace la configuración inicial para habilitar el uso de la memoria micro SD. Dentro de ella, se hace el llamado a la función spi_bus_initialize en la línea 7, que inicia el bus SPI con las configuraciones de pines y velocidad, entre otras necesarias para la comunicación. Luego, en la línea 9 se realiza el llamado a esp_vfs_fat_sdspi_mount que especifica que sobre el bus SPI se monta una memoria del tipo SD que funciona con el sistema de archivos FAT.

```

1 void inicializarSD ()
2 {
3     /*
4     ... variables de configuracion
5     */
6
7     spi_bus_initialize(SLOT, CONFIGURACION, CANAL_SPI);
8
9     esp_vfs_fat_sdspi_mount(SLOT);
10
11    /*
12    ... chequeo de errores
13    */
14 }
```

CÓDIGO 3.2. Pseudocódigo de la función que configura e inicia memoria SD.

La función para escribir en el archivo es accedida desde la tarea de la bomba para almacenar los datos correspondientes al volumen inyectado y pH y, además, el resultado del volumen en el punto final. El detalle de esta función se muestra en el pseudocódigo 3.3. En la línea 1 se abre un archivo y en caso de que no se produzca un error, se procede a la escritura (línea 5) y finalmente se cierra el archivo (línea 6).

```

1 FILE* f = fopen("TITULAR.txt", "a"); //Abre el archivo
2 if (f == NULL) {
3     return ERROR;
4 }
5 fprintf(f, "%c", dato);
6 fclose(f);
7 return OK;
```

CÓDIGO 3.3. Pseudocódigo de la función que escribe en la memoria SD.

3.7. Servidor web

Para el desarrollo del prototipo se elaboró una página web que se almacena en la memoria flash del ESP32 y que se puede acceder a través de una conexión de área local gracias a la conexión Wi-Fi de la que dispone el módulo. En el código 3.4 se muestra el pseudocódigo donde se encuentran las principales funciones que se utilizan para la conexión Wi-Fi y para la creación del servidor web.

La función iniciarWiFi de la línea 10 se encarga de habilitar la conexión Wi-Fi en modo estación, con el nombre de la red y la contraseña del punto de acceso al cual se desea conectar. En la línea 16 registra eventos que se ejecutan cuando hay un cambio de ip o se produce un corte en la conexión. Estos eventos tienen el objetivo de restablecer la conexión.

La función iniciarServidorWeb de la línea 20 inicia un servidor HTTP con las configuraciones por defecto que ofrece la API y registra un evento asociado a la página web. Este evento se ejecuta cuando un cliente, conectado a la red local, intenta establecer la conexión mediante la ip asociada al ESP32. El controlador del evento ejecuta la función de la línea 28 que actualiza la página web con los datos obtenidos en el último proceso de titulación.

```

1 main () {
2     //...
3     iniciarWiFi();
4     iniciarServidorWeb();
5     //...
6 }
7
8 //...
9
10 void iniciarWiFi()
11 {
12     esp_wifi_init(); //Inicializa el stack de Wi-Fi con configuraciones
13         por defecto
14     esp_wifi_set_mode(ESTACION); //Configura el modo estacion
15     esp_wifi_set_config(wifi_config); //Configura nombre de red del AP y
16         contrasena
17     esp_wifi_start(); //Realiza la conexion Wi-Fi
18     registraHandlerDeEventos();
19 }
20
21 iniciarServidorWeb ()
22 {
23     if (httpd_start(configuraciones) = OK) //Crea un servidor HTTP
24     {
25         httpd_register_uri_handler(paginaHandler); //registra una pagina
26     }
27 }
28
29 paginaHandler() //evento que se ejecuta cuando alguien accede a la
30         pagina
31 {
32     //Codigo HTML de la pagina que contiene el volumen en el punto final
33     //y una tabla del volumen inyectado y pH
34 }
```

CÓDIGO 3.4. Pseudocódigo del servidor web.

3.8. Esquemáticos y PCB

El diseño de los esquemáticos y del circuito impreso fueron realizados mediante la herramienta KiCad [17]. En la figura 3.5 se observan la fuente de alimentación y las conexiones asociadas al ESP32. La fuente de alimentación consta de un regulador de tensión de 5 V y su entrada proviene de una fuente externa de 12 V de corriente continua.

El ESP32 se conecta al módulo pH4502C mediante divisores resistivos para adaptar tensiones. Utiliza dos pines GPIO para la conexión al módulo DVR8825, un pin GPIO para la conexión al *driver* del agitador, cuatro pines para la comunicación SPI con el módulo lector de tarjetas micro SD y dos pines para la comunicación UART con el ATmega328p. Además, los pines sin uso están conectados a tiras de pines para aplicaciones futuras.

La figura 3.6 muestra las conexiones del ATmega328p con los pines de control y datos de la pantalla táctil, así como también los componentes mínimos necesarios para el funcionamiento del microcontrolador.

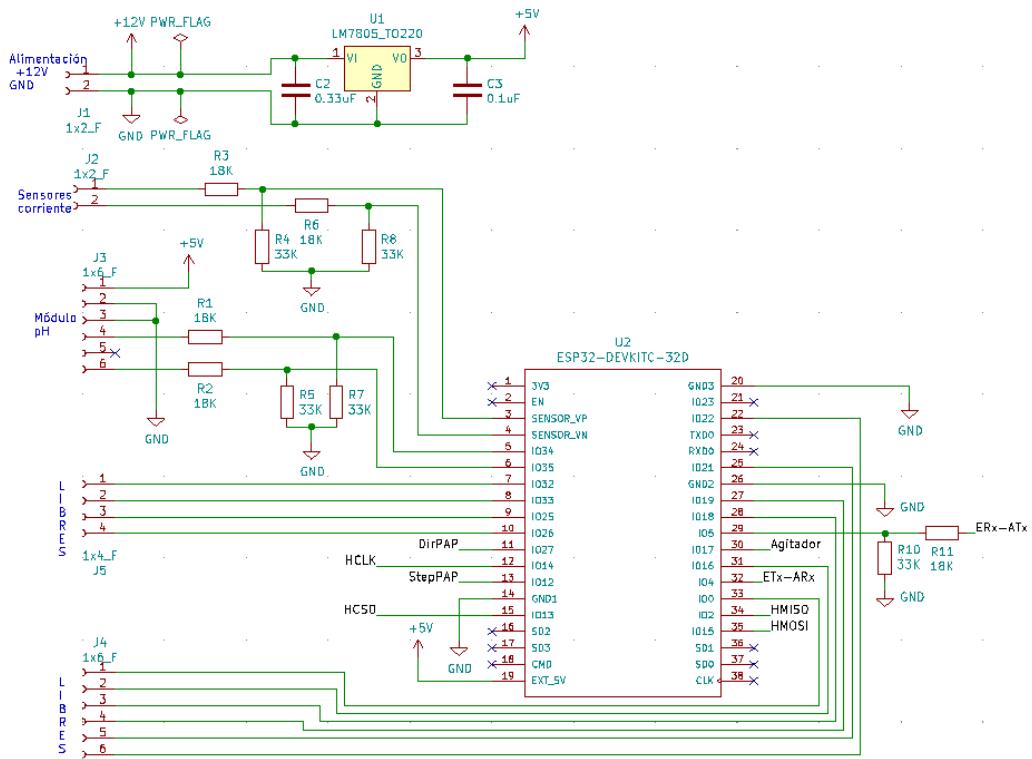


FIGURA 3.5. Diseño esquemático de las conexiones del ESP32.

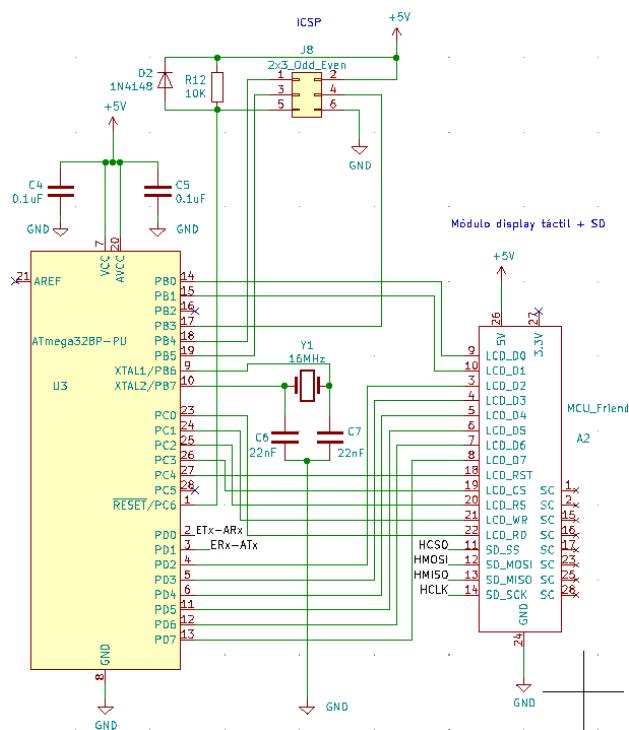


FIGURA 3.6. Diseño esquemático de las conexiones del ATmega328p.

El *driver* DVR8825 tiene conectado un *dip switch* que permite establecer por hardware el valor de configuración de *microstepping*. Además, tiene el conector para los cables de las bobinas del motor. El *driver* del agitador está formado por un transistor BJT en configuración común [18]. Estos circuitos están representados en la figura 3.7.

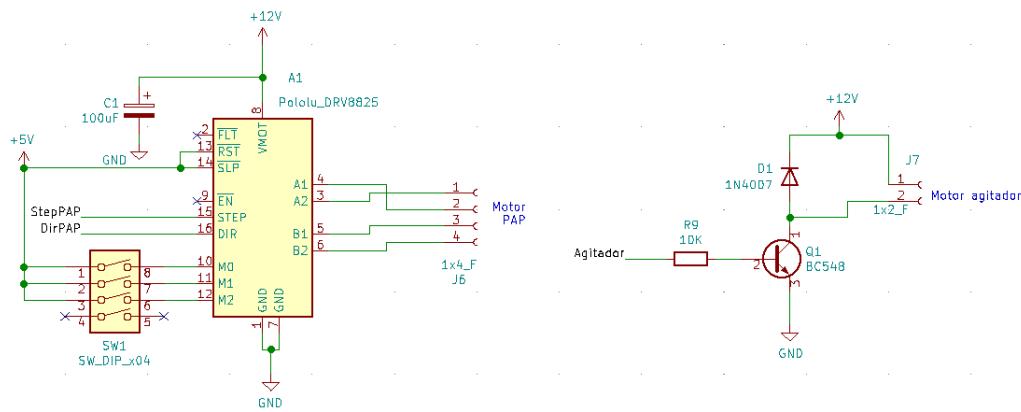


FIGURA 3.7. Diseño esquemático de los drivers de la bomba y del agitador.

El circuito impreso es una placa con dimensiones de 75 x 150 mm, diseñada en simple faz, y tiene como función la conexión de todos los módulos utilizados. En la figura 3.8 se observa el modelo 3D, mientras que en la figura 3.9 se muestra una imagen del PCB construido de manera casera.

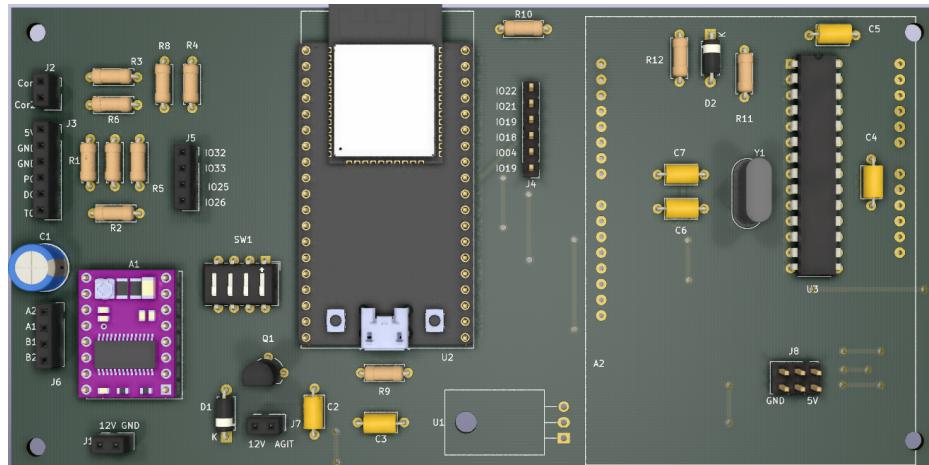


FIGURA 3.8. Modelo 3D del PCB.

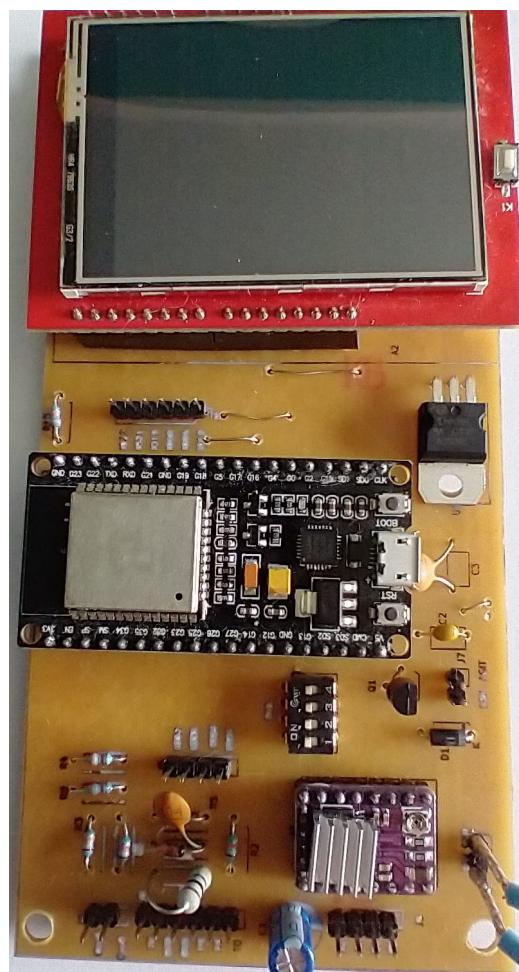


FIGURA 3.9. Prototipo final.

Capítulo 4

Ensayos y resultados

En este capítulo se muestran los principales ensayos realizados y sus resultados, para verificar el cumplimiento de los requisitos. Además, se incluye un caso de uso completo.

4.1. Pruebas unitarias

4.1.1. Calibración del electrodo

Para la validación de la medición de pH se utilizó el banco de pruebas de la figura 4.1 y se procedió a realizar el proceso de calibración.

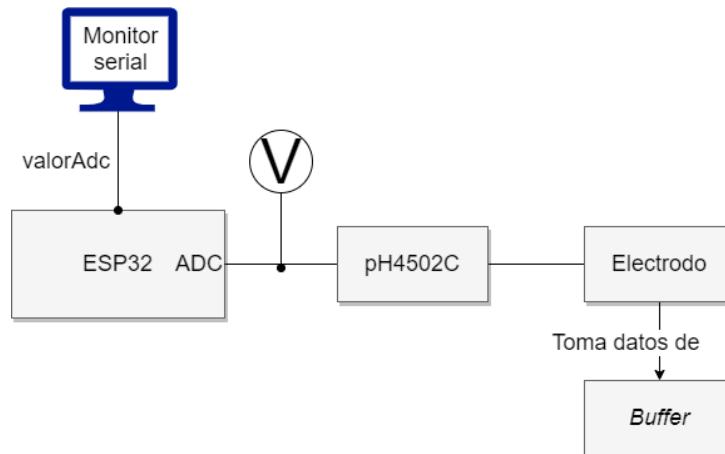


FIGURA 4.1. Banco de pruebas para la calibración del electrodo.

La tabla 4.1 muestra las mediciones correspondientes a cada uno de los valores de los *buffers*, en un ambiente con temperatura de 25 °C.

TABLA 4.1. Datos obtenidos durante el proceso de calibración.

Buffer [pH]	Salida pH4602C [V]	Lectura ADC
4	2,635	3050
7	2,172	2455
10	1,877	2120

La diferencia de potencial entregada por el módulo pH4502C fue medida por un voltímetro y se representa en la segunda columna, mientras que el valor leído por el ADC se visualiza en la computadora a través de un monitor serial. Este valor

es un número directamente proporcional a la tensión, con un valor de 0 para 0 V y un valor de 4095 para 3,5 V.

A partir de los datos obtenidos se puede graficar la recta de ajuste que relaciona el valor de pH con el valor medido por el ADC, como se muestra en la figura 4.2. Los valores de pendiente y ordenada al origen calculados en el ESP32 fueron visualizados por el monitor serial. El valor m de la pendiente fue de -0,0063 y el valor de la ordenada al origen b fue de 22,98.

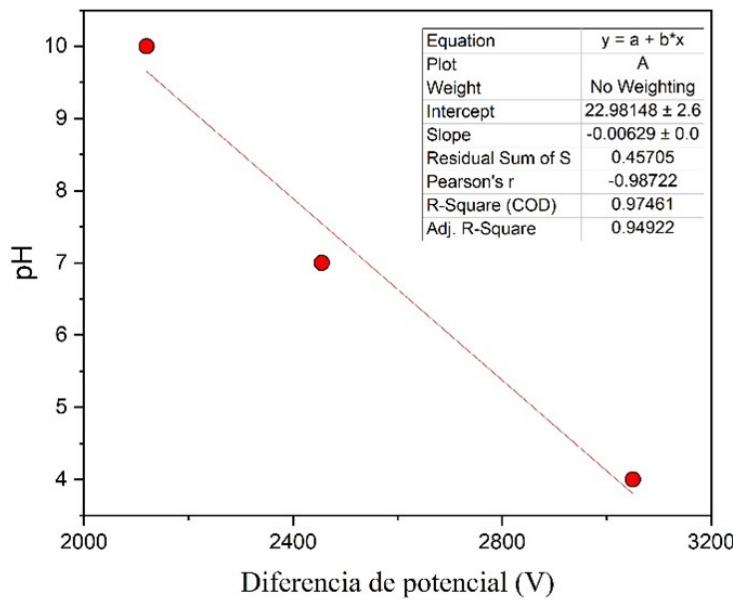


FIGURA 4.2. Relación entre el pH y el valor convertido por el ADC.

Luego de repetir el ensayo, se obtuvo que el error en la medición del potencial de salida del módulo pH4502C es de ± 1 mV, mientras que en la conversión a pH el error es de $\pm 0,1$ pH a temperatura ambiente.

4.1.2. Calibración del volumen inyectado por la bomba

El control de la bomba se realiza utilizando un esquema de lazo abierto, es decir que, cuando se inyecta líquido, el microcontrolador no realiza una medición del caudal o del volumen que fue desplazado. A raíz de esto, surge la necesidad de establecer una relación entre la cantidad de micro pasos que realiza el motor y la cantidad de volumen que dosifica la bomba. Esto permite tener una unidad de medida y verificar si cumple con los requerimientos establecidos. Esta relación es difícil de obtener de manera teórica mediante el uso de modelos, por lo que se decidió realizar una serie de dosificaciones de un líquido de densidad conocida y pesar la cantidad dosificada para determinar el volumen.

El banco de pruebas utilizado para realizar este ensayo se muestra en la figura 4.3. En este proceso el fluido a dosificar fue agua de red domiciliaria, con una densidad estimada de 1 g/mL, y se utilizó una balanza de hasta 200 g con un error de $\pm 0,01$ g. El agua fue pesada en un vaso de precipitado previamente tarado.

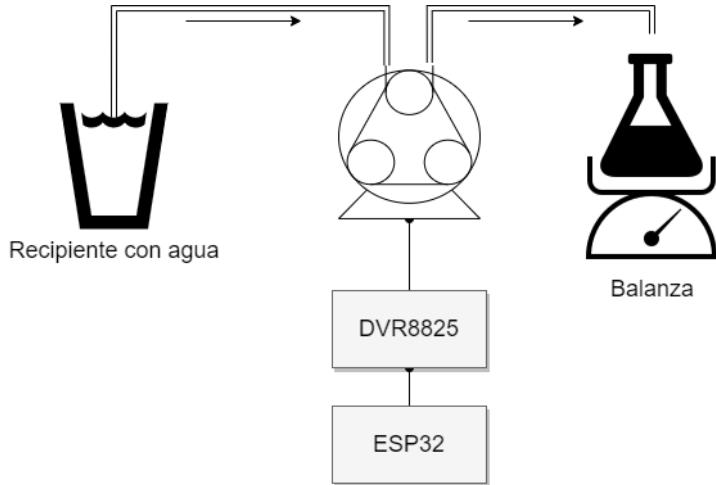


FIGURA 4.3. Banco de pruebas para la calibración de la bomba.

Se realizaron 10 dosificaciones, cada una de las cuales implicó un tiempo de 10 s y 100000 micro pasos para el motor, a una velocidad constante de 93,75 rpm. Se registró el peso y se taró nuevamente la balanza para todas las dosificaciones. Esta relación entre el número de pasos y el peso se muestra en la tabla 4.2. La serie de mediciones arroja un peso medio de 0,87 g con un desvío de $\pm 0,01$ g.

TABLA 4.2. Dosificaciones para el cálculo de volumen por paso.

Número de dosificación	Peso [g]
1	0,87
2	0,87
3	0,86
4	0,87
5	0,87
6	0,86
7	0,87
8	0,87
9	0,88
10	0,86

La ecuación 4.1 muestra el cálculo realizado para hallar la cantidad de micro pasos necesarios para dosificar 1 mL. Como resultado se tiene un valor de 114942 micro pasos por cada mL inyectado, lo que implica un tiempo de 11494,2 ms. Luego de realizar pruebas con este nuevo tiempo, se ajustó finalmente a 11500 ms para 1 mL y a 1150 ms para 0,1 mL.

$$\frac{\text{Micro pasos realizados}}{\frac{\text{peso}}{\text{densidad}}} = \frac{100000[\text{micro pasos}]}{\frac{0,87[\text{g}]}{1[\frac{\text{g}}{\text{mL}}]}} = 114942 \left[\frac{\text{micro pasos}}{\text{mL}} \right] \quad (4.1)$$

4.2. Validación y verificación

Para la validación del prototipo se desarrolló un caso de uso completo en presencia de un analista químico. A continuación se detallan cada una de las actividades realizadas:

- Calibración del electrodo con los 3 *buffers*.
- Configuración del volumen de corte.
- Proceso de limpieza.
- Titulación de 50 mL de HCl 0,0500 M con NaOH 0,100 M.
- Visualización de resultados en la memoria micro SD y en la página web.

El banco de pruebas utilizado se muestra en la figura 4.4

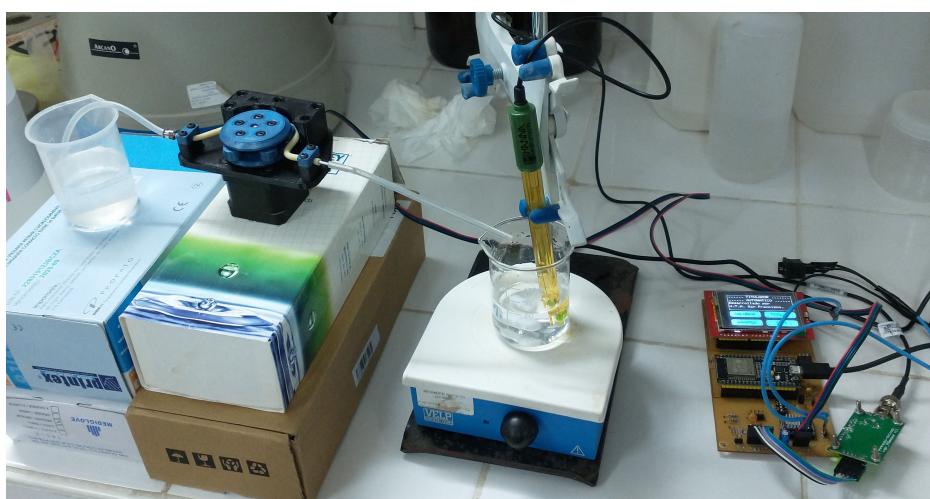


FIGURA 4.4. Banco de pruebas para el caso de uso.

La calibración del electrodo inicia cuando se ingresa en la opción CALIBRAR de la pantalla táctil. Allí se presiona la opción de BUFFER 4 y se coloca el *buffer* correspondiente en un recipiente. Luego se introduce el electrodo y cuando la medición se estabiliza se presiona GUARDAR. Se realiza el mismo procedimiento para el resto de los *buffers* y finalmente se presiona REGRESAR. En figura 4.5 se muestra la secuencia correspondiente a uno de los *buffers*.

Luego de la calibración y previo a la titulación es necesario realizar la limpieza con el titulante para eliminar las impurezas y purgar las mangueras de la bomba. Además, se debe establecer el valor del volumen de corte, que para este caso se fijó en 35 mL. En la figura 4.6 se muestran las pantallas correspondientes a estos procesos.

A continuación se realiza la titulación. El tipo de titulación realizada es la que se muestra como ejemplo en el capítulo 1, sección 1.1.2. Una vez que el analista coloca el titulante y la muestra en los recipientes correspondientes, se da inicio a la titulación mediante el botón TITULAR. El proceso comienza automáticamente y se visualiza la gráfica de pH respecto al tiempo. Luego de aproximadamente 10 minutos, el proceso finaliza y muestra en pantalla el volumen calculado en el punto final. Las pantallas correspondientes se muestran en la figura 4.7.

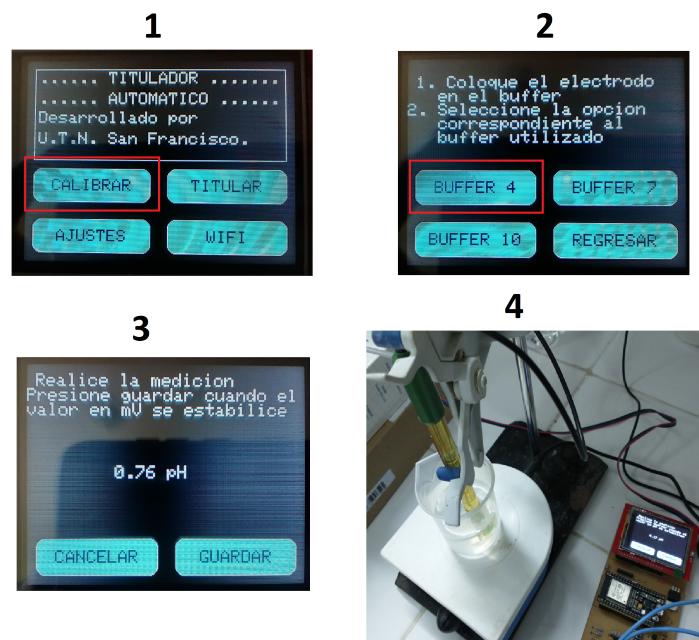


FIGURA 4.5. Proceso de calibración.

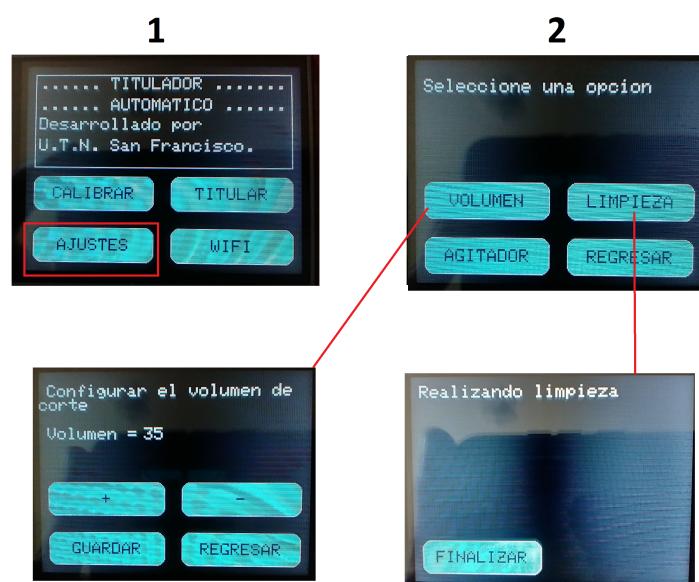


FIGURA 4.6. Volumen de corte y limpieza.



FIGURA 4.7. Curva de titulación y resultado.

En este instante se puede actualizar la página web y extraer el archivo de la memoria micro SD para visualizar el resultado y cada uno de los datos registrados, tal y como muestran las figuras 4.8 y 4.9, respectivamente. Se observa que el volumen en el punto final es de 25 mL, al igual que el modelo teórico visto anteriormente.



Titulador potenciometrico automatico

Desarrollado por UTN San Francisco.

Volumen en punto de equivalencia = 25.0 [mL]

Datos de la titulacion

Volumen[mL] pH

0.2	1.2
0.3	1.2
0.4	1.2
0.5	1.2
0.6	1.3
0.7	1.2
0.8	1.2
0.9	1.3
1.0	1.3

FIGURA 4.8. Resultado en página web.

Nueva titulación			
Titulación finalizada			
Volumen en punto final = 25.00			
Volumen[mL]	pH	Derivada 1	Derivada 2
0.20	1.23	Sin dato	Sin dato
0.30	1.23	-0.00	-0.00
0.40	1.22	0.00	0.01
0.50	1.24	0.02	-0.00
0.60	1.27	0.00	-0.02
0.70	1.24	-0.01	0.01
0.80	1.25	0.02	0.01
0.90	1.28	0.00	-0.02
1.00	1.25	-0.01	-0.00
1.10	1.25	0.00	0.00
2.10	1.27	0.00	-0.00
3.10	1.28	0.00	0.00
4.10	1.31	0.00	0.00
5.10	1.32	0.00	0.00
6.10	1.38	0.00	-0.00
7.10	1.38	0.00	-0.00
8.10	1.39	0.00	0.00
9.10	1.42	0.00	0.00
10.10	1.45	0.00	-0.00
11.10	1.49	0.00	0.00
12.10	1.50	0.00	0.00

FIGURA 4.9. Resultado en archivo de texto.

4.3. Comparación con el estado del arte

La tabla 4.3 muestra la comparativa entre el trabajo realizado y los tituladores automáticos analizados en la sección 1.3. En la segunda columna se muestra la exactitud de dosificación en mL para una bureta de 50 mL. Se observa que la exactitud lograda en este trabajo es la misma que la de uno de los tituladores comerciales analizados. En cuanto a la pantalla, esta es más pequeña que la de los comerciales y respecto las interfaces, si bien son diferentes, cumplen la función de llevar los datos a una computadora para su posterior procesamiento.

TABLA 4.3. Comparativa de tituladores comerciales con el trabajo realizado.

Marca y modelo	Exactitud [mL]	Display	Interfaces
Kem AT710	0,05	5,7"	RS232, USB
Mettler Toledo G20	0,10	5,7"Touch	Ethernet, COM, USB
Hanna HI901C1-01	0,05	5,7"	VGA, USB, RS232
Trabajo realizado	0,10	2,4"Touch	micro SD, Wi-Fi

Capítulo 5

Conclusiones

En este capítulo se destacan los objetivos cumplidos con el trabajo realizado y se plantean los pasos a seguir para realizar mejoras futuras.

5.1. Resultados obtenidos

Los objetivos y requerimientos planteados al inicio del proyecto fueron cumplidos en su totalidad. El tiempo de ejecución de las tareas fue similar al estimado, pero no pudo respetarse el cronograma debido a las restricciones por el COVID-19. Pese a estas demoras, luego de ajustados los plazos de entrega, las tareas fueron ejecutadas con normalidad en el tiempo estimado.

Además, es importante destacar el uso de los conocimientos y técnicas utilizadas en el desarrollo que fueron adquiridos en las asignaturas de la especialización:

- Programación de microcontroladores: uso de máquinas de estados finitos en la interfaz de usuario.
- Sistemas operativos de tiempo real: uso de FreeRTOS para la ejecución de tareas con restricciones de tiempo en su ejecución.
- Protocolos de comunicación en sistemas embebidos: uso de protocolos y comunicaciones, como ser UART, SPI y Wi-Fi.
- Diseño de circuitos impresos: uso de técnicas de diseño de esquemáticos y circuitos impresos.

Por último, es importante destacar que se obtuvo un prototipo funcional que cumple con las funciones básicas de los tituladores comerciales y es accesible económicoamente para universidades y laboratorios pequeños.

5.2. Trabajo futuro

El siguiente paso a seguir es realizar mejoras funcionales respecto al *firmware*. Por ejemplo la gráfica de pH respecto al tiempo debería ser de pH respecto al volumen. Además, se piensa agregar una opción para que el usuario pueda configurar la red Wi-Fi. Las principales mejoras respecto al hardware dependen de la inclusión de nuevos componentes. La utilización de un sensor de temperatura permitiría ajustar el valor de pH para muestras que no están a temperatura ambiente. Además, el uso de un sensor de flujo permitiría tener una medida del volumen inyectado y crear un sistema de control de lazo cerrado.

Bibliografía

- [1] Douglas A. Skoog; Donald M. West. *Fundamentos de química analítica. Novena edición.* Cengage Learning Editores, 2014.
- [2] Douglas A. Skoog; F. James Holler; T. A. Nieman. *Principios de análisis instrumental. Quinta edición.* Mc Graw Hill, 2001.
- [3] Montoya E.; Rodríguez I. «Implementación y evaluación de un titulador potenciométrico computarizado». En: *IPEN-Institucional* (2002).
- [4] R. M. Álvarez Rodríguez E; Montes Ocampo J; Escobar. «Descripción del diseño, construcción y ajuste del sistema de dosificación para realizar titulaciones automáticas». En: *Scientia et Technica Año XVII, No 52* (2012).
- [5] S. Pazos; M. Fabbro; G. Donnadio. «Valorador/Titulador Potenciométrico Automático.» En: (2013).
- [6] Lyl M. Ciganda. «Electrodos para medir pH.» En: *XIII Seminario de Ing. Biomédica.* (2004).
- [7] O. F. Altamirano; L. S. Furlong Contreras; A. M. Reynoso Tapia. «Desarrollo de un prototipo de una bomba peristáltica de bajo costo capaz de desplazar fluidos en ambos sentidos para diversas aplicaciones.» En: *Universidad Iberoamericana Puebla.* (2018).
- [8] TodoMicro. *Motor Nema 17 17HS2408.* <https://www.todomicro.com.ar/motores-y-drivers-motores/465-motor-nema-17-17hs2408.html>. (Visitado 26-09-2021).
- [9] Espressif. *ESP32 Series of Modules.* <https://www.espressif.com/en/products/modules/esp32>. (Visitado 21-09-2021).
- [10] Espressif. *Official IoT Development Framework.* <https://www.espressif.com/en/products/sdks/esp-idf>. (Visitado 21-09-2021).
- [11] *MCU Friend 3.5 TFT Identification.* <https://iotexpert.com/mcu-friend-3-5-tft-identification/>. (Visitado 21-09-2021).
- [12] Microchip. *ATmega328P.* <https://www.microchip.com/en-us/product/ATmega328P>. (Visitado 21-09-2021).
- [13] prenticedavid. *MCUFRIEND.* https://github.com/prenticedavid/MCUFRIEND_kbv. Ago. de 2021. (Visitado 10-09-2021).
- [14] Texas Instruments. *DRV8825 Stepper Motor Controller IC.* <https://www.ti.com/lit/ds/symlink/drv8825.pdf?ts=1632261968361>. (Visitado 21-09-2021).
- [15] Unit Electronics. *PH-4502C Sensor de PH Líquido con electrodo E201-BNC.* <https://uelectronics.com/producto/sensor-de-ph-líquido/>. (Visitado 21-09-2021).

- [16] Espressif. *Analog to Digital Converter (ADC)*. <https://docs.espressif.com/projects/esp-idf/en/latest/esp32/api-reference/peripherals/adc.html>. (Visitado 11-09-2021).
- [17] KiCad. *KiCad EDA*. <https://www.kicad.org/>. (Visitado 21-09-2021).
- [18] R. Boylestad; L. Nashelsky. *Electrónica: teoría de circuitos y dispositivos electrónicos*. Octava edición. Pearson, 2003.