

03.80.16

PQ/Q/FQ-54

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

DIRECCION INVESTIGACION Y DESARROLLO

GERENCIA PROCESOS QUIMICOS

Departamento Química

SORCION DE SULFURO DE HIDROGENO EN CARBON ACTIVADO

Julio 1980

Autores: J.R. Collet y M.A. Molinari

Marcelo Arlioni

Julio 1980

GERENCIA PROCESOS QUIMICOS
DEPARTAMENTO QUIMICA
DIVISION FISICOQUIMICA

SORCION DE SULFURO DE HIDROGENO EN CARBON ACTIVADO

J. R. Collet y M.A. Molinari

R E S U M E N

Se describe un estudio de parámetros característicos de diversas calidades de carbón activado, requeridos para el diseño de filtros de retención de H_2S en aire de ambientes de volumen limitado

Julio 1980

I N D I C E

	<u>Página</u>
INTRODUCCION	1
1. Capacidad de adsorción con H_2S puro en equilibrio a una atmósfera.	2
1.1. Técnica	2
1.2. Resultados	4
2. Eficiencia de adsorción	5
2.1. Equipo y técnica utilizada	6
2.1.1. Calibración del volumen de la línea	7
2.1.2. Cálculo de la eficiencia	8
3. Relación entre eficiencia y carga específica de H_2S	8
4. Eficiencia vs longitud de filtro	10
5. Eficiencia vs caudal	12
6. Calor de reacción en el filtro	14
6.1. Temperatura en función del tiempo	14
6.2. Temperatura máxima en función de la longitud	16
7. Propiedades físicas del adsorbente	18
7.1. Resistencia del relleno al flujo de gas (caída de presión o pérdida de carga)	18
7.2. Densidad de los carbones	21
7.2.1. Densidad aparente	21
7.2.2. Densidad en Hg	21
7.2.2.1. Técnica	22
7.3. Humedad del adsorbente	22
7.3.1. Influencia en la absorción	23
7.4. Análisis espectrográficos de carbones	24
8. Efecto de la forma de incorporación del H_2S a la corriente de aire.	26
9. Desorción por pasaje de aire en carbones con H_2S adsorbido	27
10. Isoterma de adsorción	27
11. Conclusiones	30

INTRODUCCION

En ciertas instalaciones auxiliares o adjuntas a la Planta Modelo Experimental de Agua Pesada se hace necesario disponer de sistemas de retención del gas H_2S que pueda incorporarse en forma normal o accidental a ciertos volúmenes de aire limitados, como ser campanas, laboratorios especiales, gabinetes para instrumental, etc. Como caso característico se presentó el tratamiento del aire de la campana o cabina donde se aloje el LECS (Lazo experimental para circulación de sulfuro de hidrógeno). Este equipo dispone de un sistema primario para retención de salidas controladas de H_2S , basado en absorción sobre solución de NaOH o suspensión de $Ca(OH)_2$. Como sistema adicional de seguridad y también para casos de emergencia, se decidió instalar en el circuito de extracción de aire un filtro de retención capaz de retener una cantidad de H_2S igual a la contenida dentro del LECS, con las condiciones de extracción de aire necesarias.

Se encontraron antecedentes de este tipo de filtros de retención durante la visita al Laboratorio de Investigaciones de Ontario Hydro en Toronto, Canadá y en folletos de firmas comerciales.

Los parámetros fijados por las condiciones de operación son:

- Cantidad de H_2S a retener: 3Kg/en aproximadamente 5 minutos (caso de emergencia).
- Caudal de aire: $10 \text{ m}^3/\text{minuto}$ ($\Delta p < 1,96 \text{ Kpa}$ ó 200 mm agua).
- Eficiencia: $> 99\%$

Con ese fin, se hizo un estudio de las propiedades de diversos carbones activados, en particular de origen nacional, procurando seleccionar el material adsorbente y determinar condiciones de operación y datos de diseño, para construir dicho filtro.

1. CAPACIDAD DE ADSORCION CON H_2S PURO EN EQUILIBRIO A UNA ATMOSFERA

Se obtuvo el peso de H_2S adsorbido a temperatura ambiente, en condiciones de saturación con 1 atmósfera de H_2S puro, respecto de 100 g de carbón (capacidad del carbón: S %).

$$S\% = \frac{\text{masa } H_2S \text{ adsorbida (g)} \times 100}{\text{masa de C (g)}}$$

Esta propiedad es conveniente para comparar en principio distintos materiales.

1.1. Técnica

Se utilizó un aparato como el indicado en las figuras 1a) y 1b), con la siguiente técnica:

1°) Se secó en estufa una cantidad de carbón a $110^\circ C$ durante aproximadamente 1 hora.

2°) Se introdujo aproximadamente 20 ml de carbón seco en un tubo de vidrio con juntas esmeriladas (Ver Fig. 1a).

Se pesó el tubo vacío y con carbón para determinar por diferencia de pesada la cantidad de carbón alojado.

3°) Se incluyó este recipiente en la línea de vacío, como se indica en la Fig. 1b) y se evacuó todo el aparato.

4°) Con el tubo aislado (mediante los robinetes de vidrio R1 y R2), se llenó el aparato con H_2S .

5°) Al mismo tiempo que se abrió uno de los robinetes R1 ó R2, se fue restituyendo el H_2S adsorbido por el carbón (tratando que durante la experiencia se mantuviese una presión ligeramente mayor que la presión atmosférica).

6°) Se puso en funcionamiento la bomba de circulación hasta tener presión constante de 1 atmósfera, sin incorporar gas.

7°) Se aisló el tubo de carbón (quedando el resto del aparato con H_2S , el que se utilizó en la siguiente experiencia).

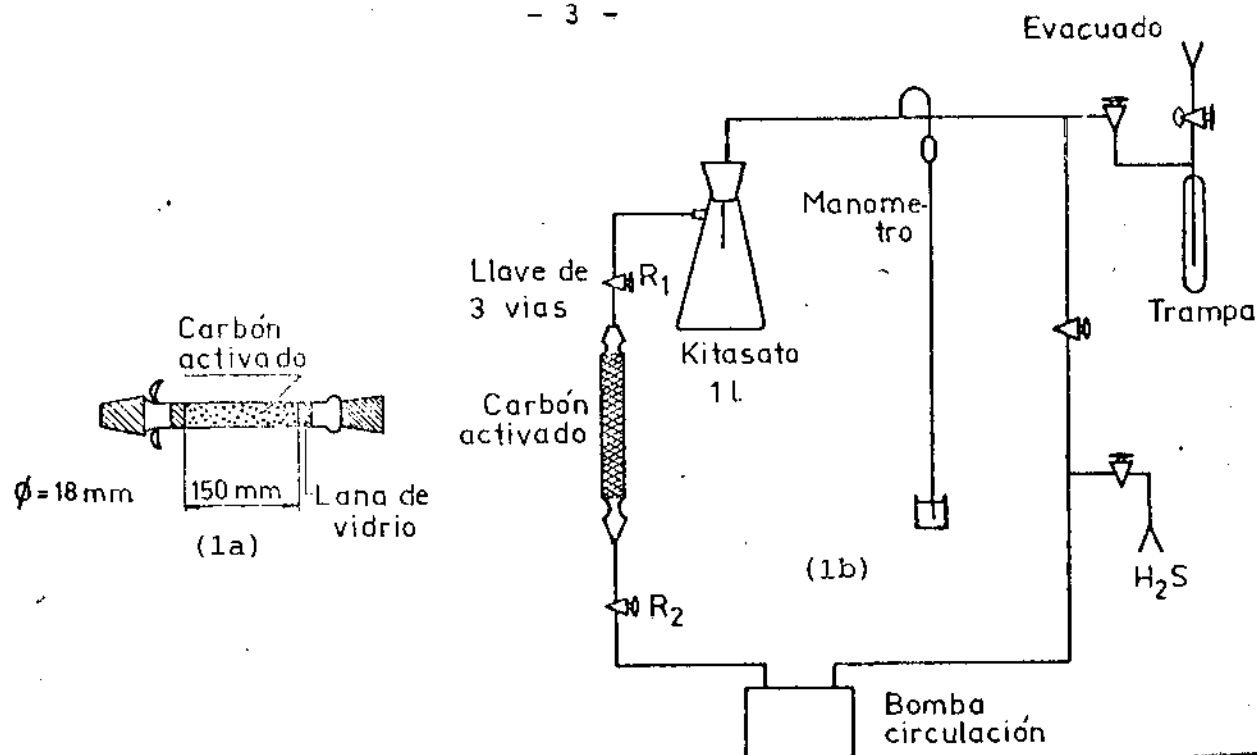


FIG. 1

APARATO PARA LA MEDICION DE LA CAPACIDAD DEL CARBON (S%)

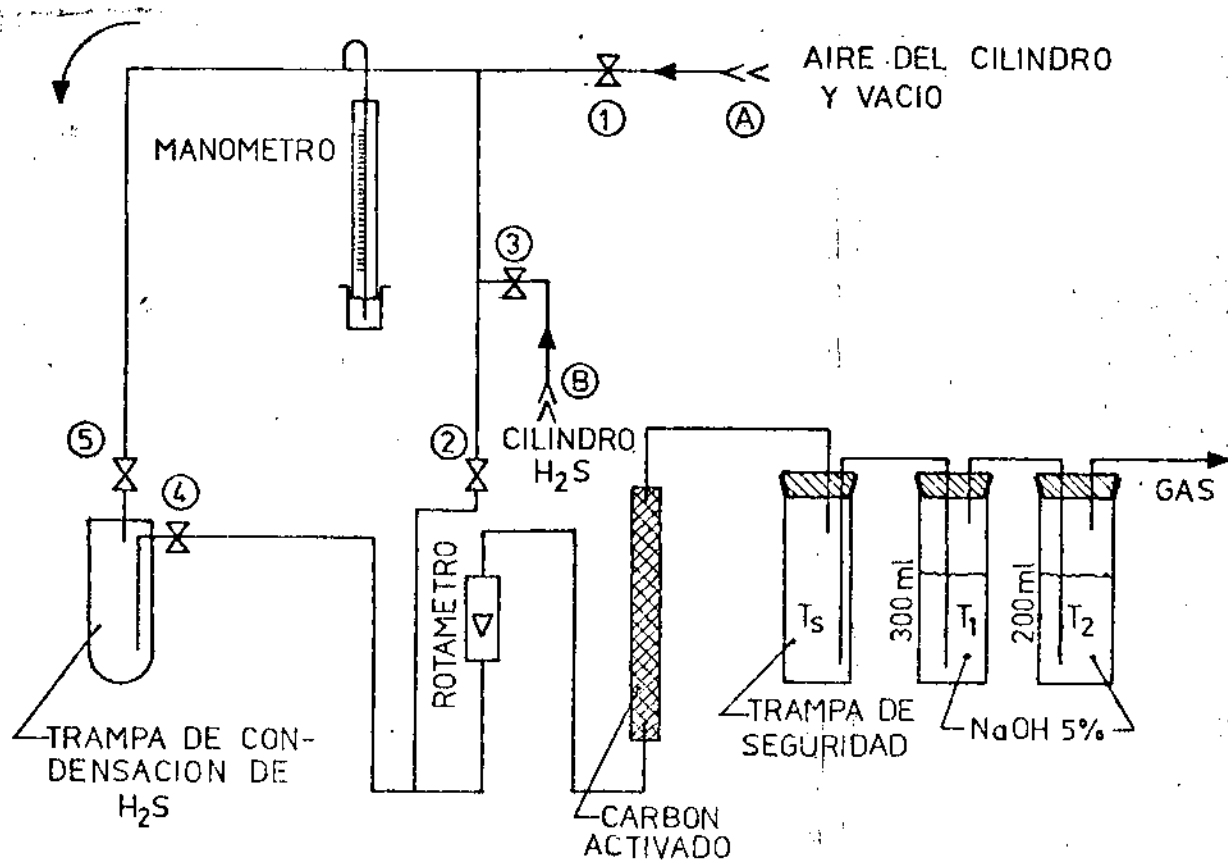


FIG. 2

APARATO PARA LA MEDICION DE EFICIENCIA

8°) Se pesó el tubo con el carbón saturado para determinar la cantidad de H_2S adsorbido y calcular la capacidad del carbón (S).

9°) Se repitió con otro carbón las operaciones 1°) y 2°) y luego se evacuó el tubo por la salida lateral del robinete de 3 vías (R1), continuando la operación de 5°) a 8°).

1.2.. Resultados

Se probaron muestras de 11 carbones obtenidos de proveedores de plaza y del exterior, con los resultados promedio indicados en la Tabla I.

Se puede observar una amplia variación, no sólo entre distintos productos, sino también entre sucesivas partidas ("molinos") del mismo material.

Ello se debe a la producción discontinua, con un método de difícil control, a partir de materias primas variables. Como cada partida es de una cantidad no muy grande, se comercializa rápidamente y no fue posible, después de un corto tiempo, volver a obtener muestras de la misma ni tampoco de otras con iguales propiedades.

Tabla I
Capacidad de adsorción

Carbones	S %
	g H ₂ S/100 g de carbón
C ₁ - carbón activado OOGLTG (CCI)	13,5
C ₂ - carbón animal (MP)	4,1
C ₃ - carbón activado para gases (BDH)	11,8
C ₄ - carbón vegetal (MP)	8,0
C ₅ - OOGLTF (CA)	13,7
C ₆ - OOGLTG (CA)	15,1
C ₆ - (molino 1037) OOGLTG (CA)	6,6
C ₆ - (molino 1036) OOGLTG (CA)	6,0
C ₇ - OOGT (CA)	12,3
C ₈ - carbón de huesos (MP)	1,2
C ₉ - FCA 4 x 10 (CAC)	15,4
C ₁₀ - BPL 4 x 10 (CAC)	13,4
C ₁₁ - IVP 4 x 10 (CAC)	7,8

MP = molino Pampero

CA = Cecar Argentina

CCI = Co. Científica Integral

CAC = Calgon Activated Carbon (importado)

BDH = BDH Chemicals Ltd. (importado)

2. EFICIENCIA DE ADSORCION

Llamamos eficiencia (ε%) del lecho adsorbente a la relación entre el H₂S retenido y el H₂S total:

$$\epsilon \% = \frac{\text{masa de H}_2\text{S retenido por el lecho de carbón}}{\text{masa de H}_2\text{S que entra en el lecho}} \times 100$$

Para su determinación se hace circular H_2S a través de un lecho de carbón, una sola vez, no alcanzando necesariamente condiciones de equilibrio o saturación. Para hacerlo más semejante al caso real de un filtro de retención, el H_2S es arrastrado y mezclado con una corriente de aire.

Los valores de ϵ % son función de la carga específica (Ver 3), longitud del lecho (Ver 4), caudal (Ver 5) y temperatura (Ver 6) para cada material.

Estos estudios se realizaron con las distintas muestras, pero sólo para algunas de ellas se completó todos los datos con suficientes determinaciones, antes de agotarse la cantidad disponible.

Como ya se explicó, no fue posible obtener en esos casos más muestras de un material igual.

2.1. Equipo y técnica utilizada:

El equipo se muestra en la Fig. 2

Para realizar una experiencia se siguieron los siguientes pasos:

- 1) Se conectó la bomba de vacío en la unión (A) y el cilindro de H_2S en la unión (B).
- 2) Se cerraron las llaves 2 y 4 y se abrieron 3 y 5.
- 3) Se puso en marcha la bomba de vacío y se abrió lentamente la llave 1.
- 4) Una vez obtenido el vacío máximo (0,5-0,1 torr) se midió la diferencia de altura en el manómetro, se cerró la llave y se desconectó la bomba.
- 5) Se introdujo H_2S por (B) hasta la presión (P) necesaria para obtener la masa de H_2S necesaria. (Ver 2.1.1.).
- 6) Se cerró la llave 3 y se desconectó el cilindro de la unión (B).
- 7) Se colocó un termo con N_2 líquido en la trampa de condensación hasta que la presión en la línea alcanzó el mismo valor que cuando se hizo vacío.

Cuando no se alcanzó esa presión, se evacuó con la bomba y luego se expandió a temperatura ambiente para corregir el valor de presión de H_2S (P).

- 8) Se cerró la llave 5, manteniendo siempre la trampa de condensación en N_2 líquido.
- 9) Se hizo entrar aire al sistema por la llave 3 o bien 1. Se abrió las llaves 1 y 2, estando cerrada la 3 y se abrió el cilindro de aire. Se verificó el burbujeo de las trampas; se reguló con la válvula del cilindro el caudal de aire con que se deseaba trabajar, el que se leyó en el rotámetro.
- 10) Se abrió la llave 3 y luego se cerró la 2, para que no hubiese reabsorción en las trampas al sacar el N_2 líquido y al conectar la trampa de condensación, que estaba en vacío.
- 11) Se sacó el N_2 líquido de la trampa de condensación evitando acelerar de cualquier modo el calentamiento. Se abrió cuidadosamente la llave 5 hasta igualar la presión; se abrió luego la 4 y se cerró la 3 verificando el burbujeo en las trampas.
- 12) Se hizo pasar aire hasta que no hubo más H_2S condensado, luego se cerró la llave 1 y la válvula del cilindro de aire. El tiempo total de la etapa de adsorción (pasaje de H_2S + aire) fue de aproximadamente 5 minutos, pasando por el filtro una corriente gaseosa de aproximadamente 5% de H_2S en aire.

2.1.1. Calibración del volumen de la línea

Consiste en obtener el volumen en el cual se encierra el H_2S , para luego calcular con la presión leída, la masa de H_2S que se utilizó en la experiencia.

El volumen a determinar (V_x) es el limitado por las llaves 1, 3, 2 y 4 (Ver Fig. 2).

Se dejaron las llaves 4 y 2 cerradas y la 5 abierta durante todas las operaciones.

Se calibró un balón con H_2O , y se conectó en (B). A este volumen del balón se lo designa V_b .

Existen dos métodos de medición:

Método I :

- 1) Se conecta la bomba de vacío en (A), se hace vacío y se abre la llave 1 y 3 hasta que esté evacuado totalmente V_x y V_b .
- 2) Se cierra la llave 3 quedando el balón vacío y aislado.
- 3) Se desconecta la bomba y se hace entrar aire por la llave 1 hasta alcanzar la presión atmosférica.
- 4) Se cierra la llave 1.
- 5) Se abre la llave 3 hasta que el manómetro se estabilice y se lee la presión del sistema (P_{f_I}). Como la masa del gas y la temperatura permanecen constantes tenemos que:
 - Antes de abrir la llave 3:

$$P_{atm} V_x = K (T, m)$$

- Después de abrir la llave:

$$P_{f_I} (V_x + V_b) = K (T, m)$$

P_{f_I} = Presión final del método I.

Entonces

$$P_{atm} V_x = P_{f_I} (V_x + V_b)$$

$$V_x = \frac{P_{f_I} V_b}{P_{atm} - P_{f_I}}$$

Método II :

- 1) Se deja el balón (V_b) en contacto con la presión atmosférica.
- 2) Se cierra la llave 3 y se realiza vacío en todo el resto (V_x)
- 3) Se cierra la llave 1 desconectándose luego el vacío.
- 4) Se abre 3, se deja estabilizar la presión y se lee en el manómetro ($P_{f_{II}}$).

- Antes de abrir 3:

$$P_{atm} \cdot V_b = K (T, m)$$

- Después de abrir 3:

$$P_{f_{II}} (V_x + V_b) = T, m)$$

$$P_{f_{II}} = \text{Presión final del método II}$$

$$P_{atm} \cdot V_b = P_{f_{II}} (V_x + V_b)$$

$$V_x = \frac{(P_{atm} - P_{f_{II}}) V_b}{P_{f_{II}}}$$

2.1.2. Cálculo de la eficiencia

Para calcular la eficiencia, es necesario conocer la masa de H_2S adsorbida en el carbón.

Inicialmente se intentó obtener este dato por diferencia de pesada entre el carbón sin usar y el tratado con H_2S o bien por extracción del H_2S adsorbido en el carbón, usando solución de $NaOH$ 10%. Los datos obtenidos por esos métodos resultaron bastante alejados del valor real, en el primer caso por variación del contenido de humedad del carbón y en el segundo por dificultad en la extracción cuantitativa del H_2S .

Por ello, se decidió usar un método indirecto pero mucho más preciso, consistente en valorar el H_2S que no había sido adsorbido en el carbón y que se retuvo en las trampas T_1 y T_2 .

El H_2S retenido se calcula por diferencia con el inicial. (Ver 2.1.1.).

3. RELACION ENTRE EFICIENCIA Y CARGA ESPECIFICA DE H_2S

En este tipo de experiencias se trató de estudiar la variación de la eficiencia en función de la carga específica (C_e) (*) en condiciones de adsorción dinámica.

(*) Observar la diferencia con lo definido en 1.1. como capacidad del carbón (S), donde se trata de condiciones de equilibrio. El valor S es la carga específica de un carbón saturado con 1 atmósfera de H_2S .

$$C_e \% = \frac{\text{masa de H}_2\text{S adsorbida por el carbón (g)}}{\text{masa de carbón (g)}} \times 100$$

Se trabajó con un caudal de aire de 3 litros/ minuto y se partió de H₂S condensado en una trampa. Se hicieron dos series de mediciones con distinta longitud de lecho (30 y 40 cm) para un diámetro de tubo de 2 cm.

La técnica utilizada se detalló en 2.1. y los resultados se resumen en la Tabla II y en la figura 3.

Tabla II
Relación entre eficiencia y carga específica

Material	(τ) (seg)	C_e (%)	Eficiencia e %	L (cm)
(C ₁)	1	1,5	100	30
	2	3,1	100	
	3	5,1	98	
	4	5,5	93	
(C ₁)	5	3,8	100	40
	6	3,8	100	
	7	4,1	99,6	
(C ₆) (Mo- lino 1036)		2,6	64,6	
(C ₆) (Mo- lino 1037)	2,51	2,6	73,3	40
(C ₅)		2,2	71,3	

4. EFICIENCIA VS LONGITUD DE FILTRO

Se realizaron con carbón (C₁), con un caudal de 3 litros/ minuto y con el método descrito en 2.1.

Como la sección de los tubos es uniforme ($\phi = 2$ cm), comparar e vs. longitud es lo mismo que e vs. masa de carbón, teniendo en cuenta que la densidad aparente del carbón es constante.

Eficiencia vs. carga específica

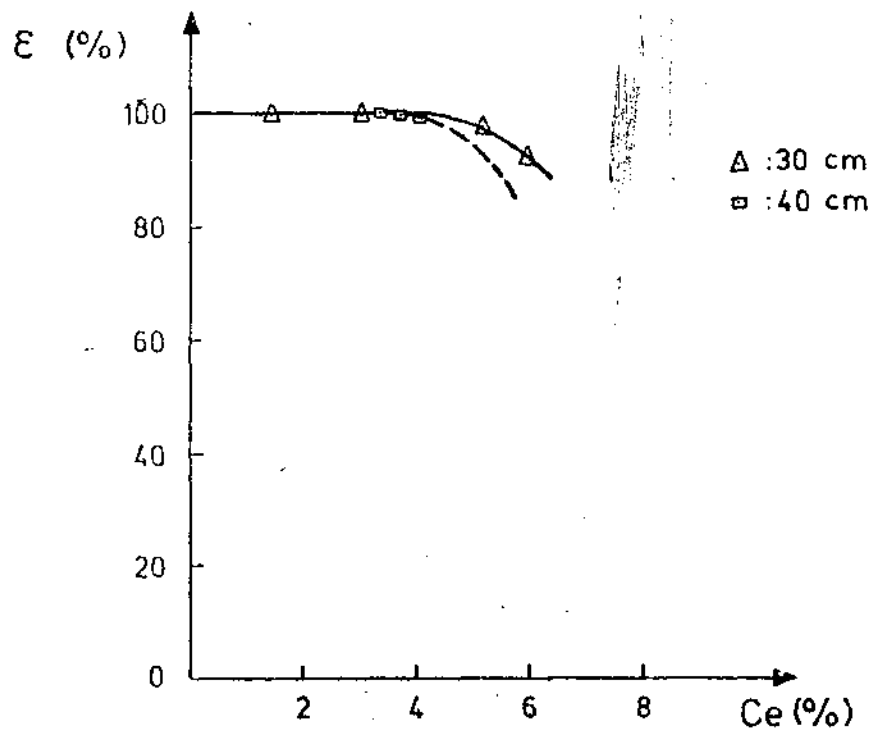


FIG. 3

Eficiencia vs longitud del filtro

Diametro del filtro = 2 cm

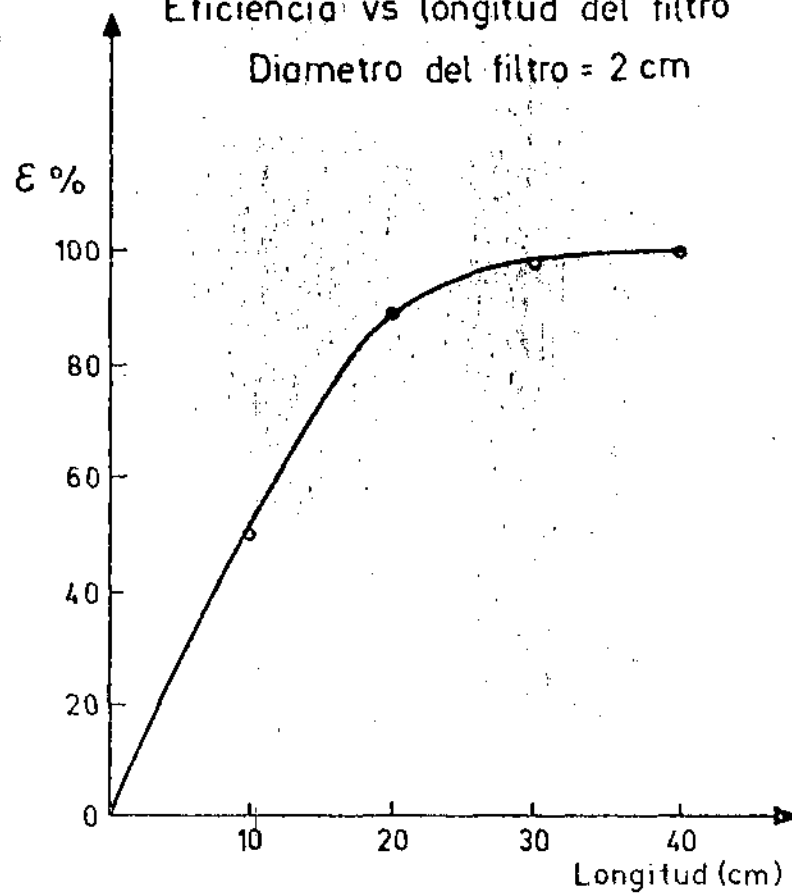


FIG. 4

El tiempo de residencia τ a caudal constante, es también función del largo del filtro:

$$\tau = \frac{SL}{\text{caudal}}$$

Los resultados que se indican en la Tabla III y la figura 4 muestran un comportamiento normal, con escaso aumento de eficiencia al alcanzar valores altos de ϵ y de longitud del lecho.

Tabla III

Nº de tubos	Long. total (cm)	τ (seg)	Masa carbón (g)	Eficiencia %
1	10	0,63	9,95	45
2	20	1,25	19,09	91
3	30	1,88	28,78	98
4	40	2,51	39,04	100

5. EFICIENCIA VS CAUDAL

La finalidad de estas experiencias fue determinar para un mismo carbón (C_1) y constancia de otras condiciones, la variación de la eficiencia con el caudal de aire que se mezcla a una cantidad constante de H_2S .

Al variar el caudal se altera el tiempo de residencia, en forma inversamente proporcional, así como la relación H_2S /aire que llega al carbón. La suma de estos dos efectos se observa en la Tabla IV y Fig. 5, que parece indicar una reducción de eficiencia no muy marcada, para aumentos de caudal de 100 y 50 %, entre 3 y 9 litros/minuto.

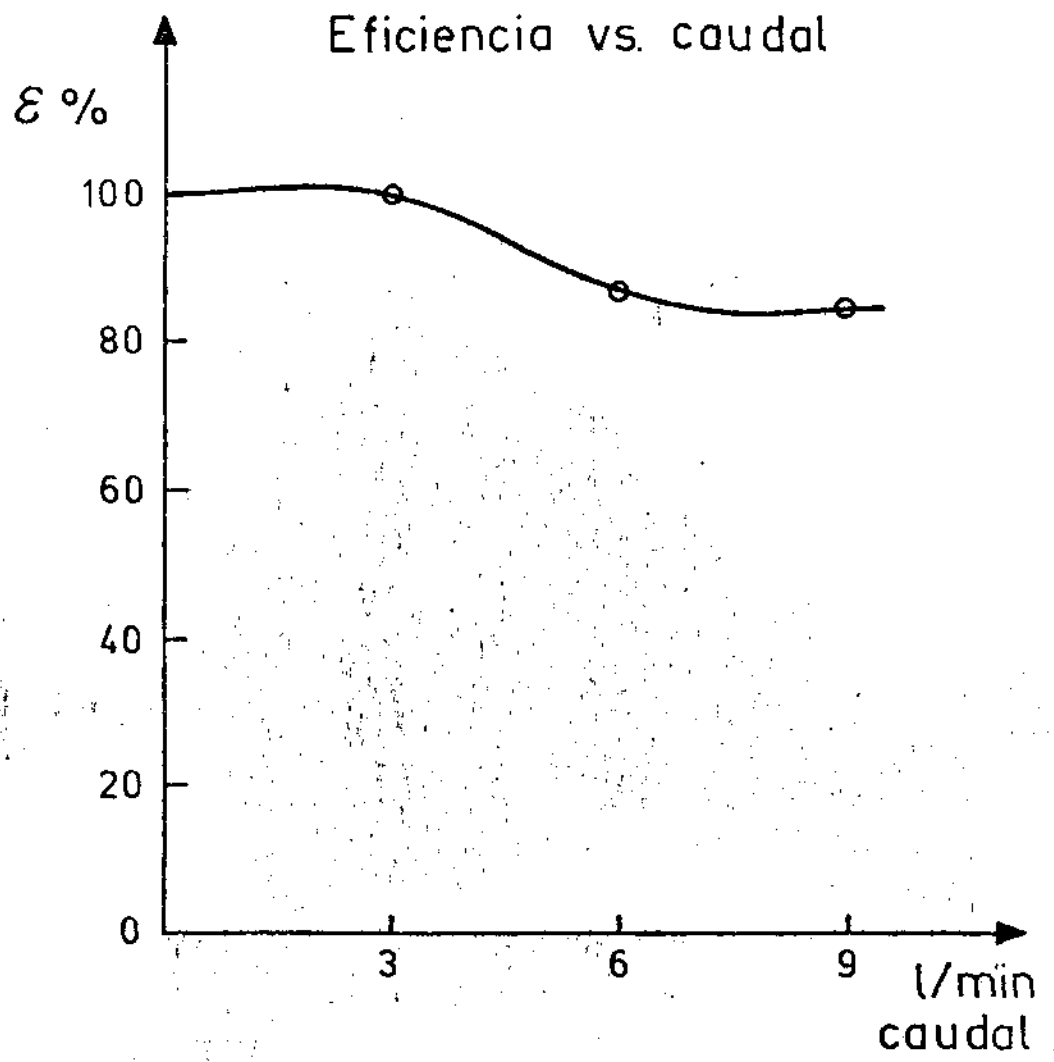


FIG. 5

Tabla IV
Eficiencia en función del caudal

d = 2 cm l = 40 cm carbón (C₁)

Caudal (l/min)	Velocidad (cm/seg)	$\epsilon\%$	$\Delta\epsilon\%$
3	15,9	100	14
6	31,8	86	4
9	47,8	84	

6. CALOR DE REACCION EN EL FILTRO

6.1. Temperatura en función del tiempo:

Para la medición de temperaturas, se realizó una salida lateral en un tubo de lucite de 15 cm de largo total, 2 cm de diámetro y 3 mm de pared, colocándose un sensor de resistencia de platino conectado a un medidor digital (Marca WAHL modelo 393, de 50-500°C).

Se realizaron medidas de temperatura en función del tiempo, a lo largo de experiencias de adsorción dinámica.

Se utilizó carbón C₁, con un caudal de 3 litros/minuto, según la técnica descrita en 2.1.

Se realizaron 3 mediciones con el termómetro en posiciones diferentes (1 cm, 11 cm y 21 cm de la entrada del gas), cuyos resultados se ven en la Fig. 6.

Se observa un rápido ascenso de temperatura en los primeros minutos de la experiencia hasta llegar a un máximo y luego un lento decaimiento al reducirse la velocidad de reacción.

Temperatura vs tiempo

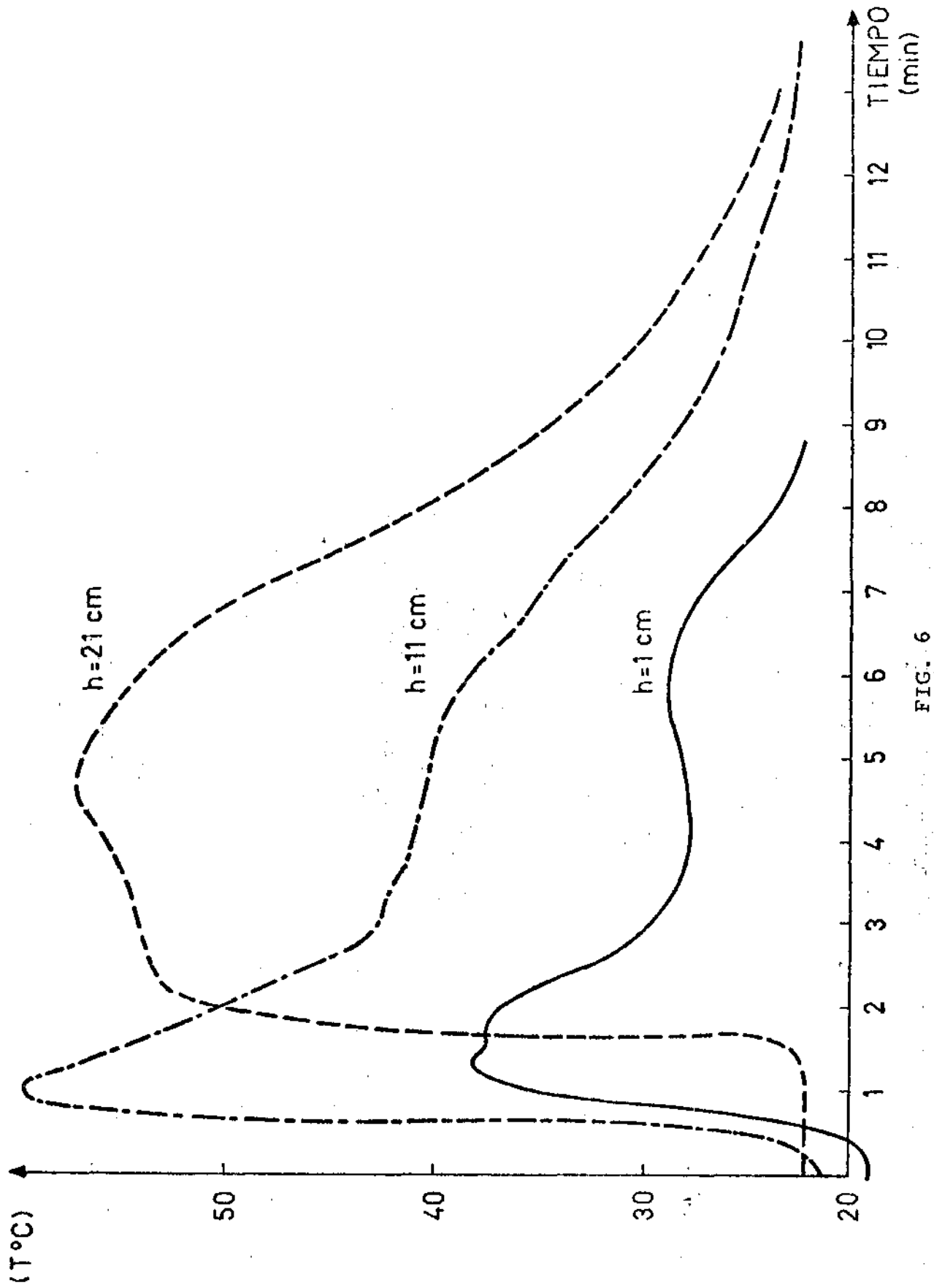


FIG. 6

Un cálculo estimativo (*) del ΔT para un sistema adiabático, con un calor de adsorción de unas 5-10 Kcal/mol, sería compatible con los valores obtenidos.

Al intentarse experiencias similares con los carbones (C_9), (C_{10}) y (C_{11}), se observó una zona de alta temperatura a la entrada del gas. En varias experiencias se formaron puntos en ignición, que se acentuaron al continuar el pasaje de la mezcla H_2S / aire, guardando relación con el caudal, produciendo humos blancos. Por ello, no se completó el estudio de estas muestras.

6.2. Temperatura máxima en función de la longitud.

Los valores de temperatura máxima en función de la longitud del adsorbedor que se obtienen de los datos anteriores, se muestran en la Fig. 7 y Tabla V.

Tabla V

Longitud	t. máx.
cm	° C
1	38
11	59
21	57

(*)

ΔH : 5-10 Kcal/mol

C (carbón) : 0,17 cal/g

Datos estimativos

1,5 g H_2S (0,044 moles), en 30 g de carbón

Si $\Delta H = 5$ Kcal/mol:

$$Q = 0,044 \text{ mol} \times 5 \frac{\text{Kcal}}{\text{mol}} = 0,22 \text{ Kcal} = 220 \text{ cal}$$

$$Q = C m \Delta T \quad \Delta T = \frac{220}{0,17 \times 30} = 48^\circ C$$

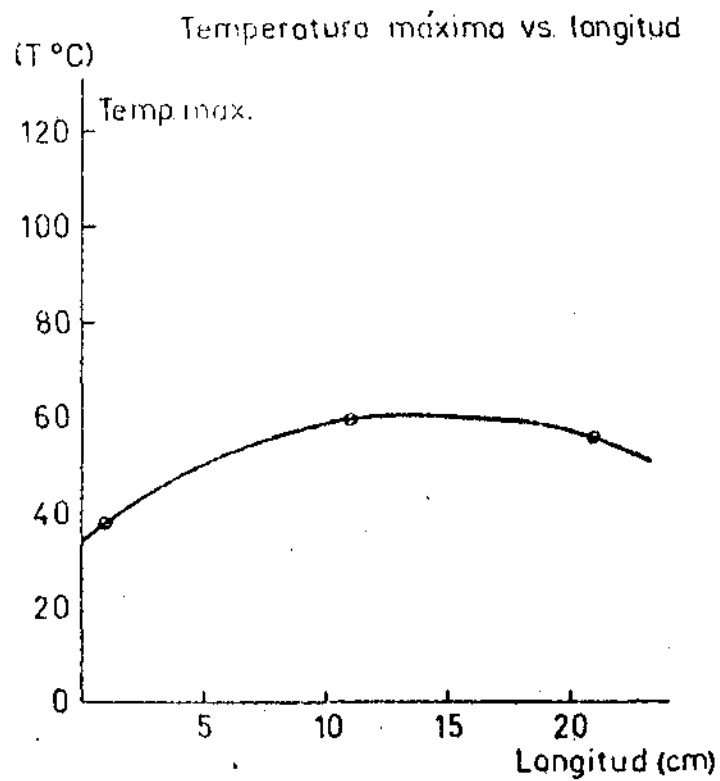


FIG. 7

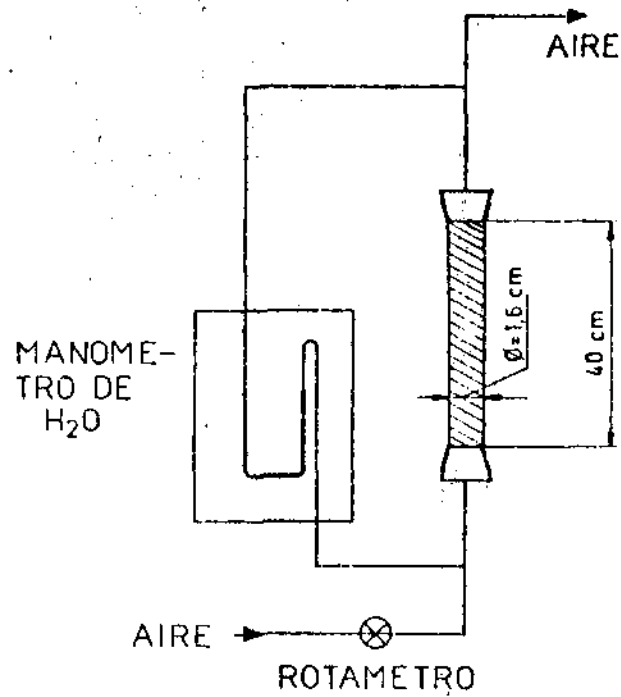


FIG. 8

APARATO PARA MEDICION DE RESISTENCIA AL FLUJO DE GAS

Estos datos nos muestran que la temperatura máxima se encuentra cerca del centro del adsorbedor y que el segundo tramo está a mayor temperatura que la primera parte, debido al calor que transfiere el gas que circula.

Las temperaturas alcanzadas para este carbón (C_1), son bastante inferiores a la de inflamación del H_2S y son compatibles con los materiales del filtro.

7. PROPIEDADES FISICAS DEL ADSORBENTE

Se obtuvieron experimentalmente varias propiedades específicas de cada material, necesarias para el diseño de un sistema de retención.

7.1. Resistencia del relleno al flujo de gas (caída de presión o pérdida de carga)

Para determinar la caída de presión (Δh) en función del caudal, se utilizó un equipo como el de la Fig. 8.

El tipo de carbón usado fue (C_1) con tamaño de grano de 1-5 mm, de forma irregular. El tubo con carbón tenía una longitud de 40 cm y un diámetro de 16 mm.

Con otros carbones de similar granulometría se obtuvo valores parecidos, salvo a caudales altos donde se vieron diferencias de hasta 8%.

El líquido manométrico era agua y se usó para medir el caudal, un rotámetro de 0-20 litros/minuto.

En la tabla VI se incluyen los valores de caída de presión por unidad de longitud del lecho (Pa/cm) y la velocidad lineal del flujo de gas (cm/seg). Estas unidades tienen la ventaja de ser independientes de la longitud del filtro y de la sección del mismo y se grafican en la Fig. 9.

Tabla VI

Resistencia del relleno al flujo de gas

Escala Rotámetro	1	2	3	4	5	6
0	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
2	3,45	28,6	5,3	0,8	4,5	11,0
4	5,65	46,8	11,9	1,7	10,2	25,0
6	7,95	65,9	19,7	2,4	17,3	42,4
8	10,05	83,3	27,3	3,4	23,9	58,6
10	12,00	99,5	36,1	4,2	31,9	78,2
12	13,75	114	44,8	5,25	39,55	96,9
14	17,55	145,5	55,8	6,4	49,4	121,1

1 = Caudal (litros / minuto)

2 = Velocidad lineal (cm/seg)

3 = Δh_i : Presión leída en cm de agua con absorbedor completo, incluyendo carbón

4 = Δh_o : Presión leída en cm de agua para el tubo, con filtros de lana de vidrio, sin carbón

5 = $\Delta h = \Delta h_i - \Delta h_o$

6 = Caída de presión por unidad de longitud de lecho (Pa/cm)

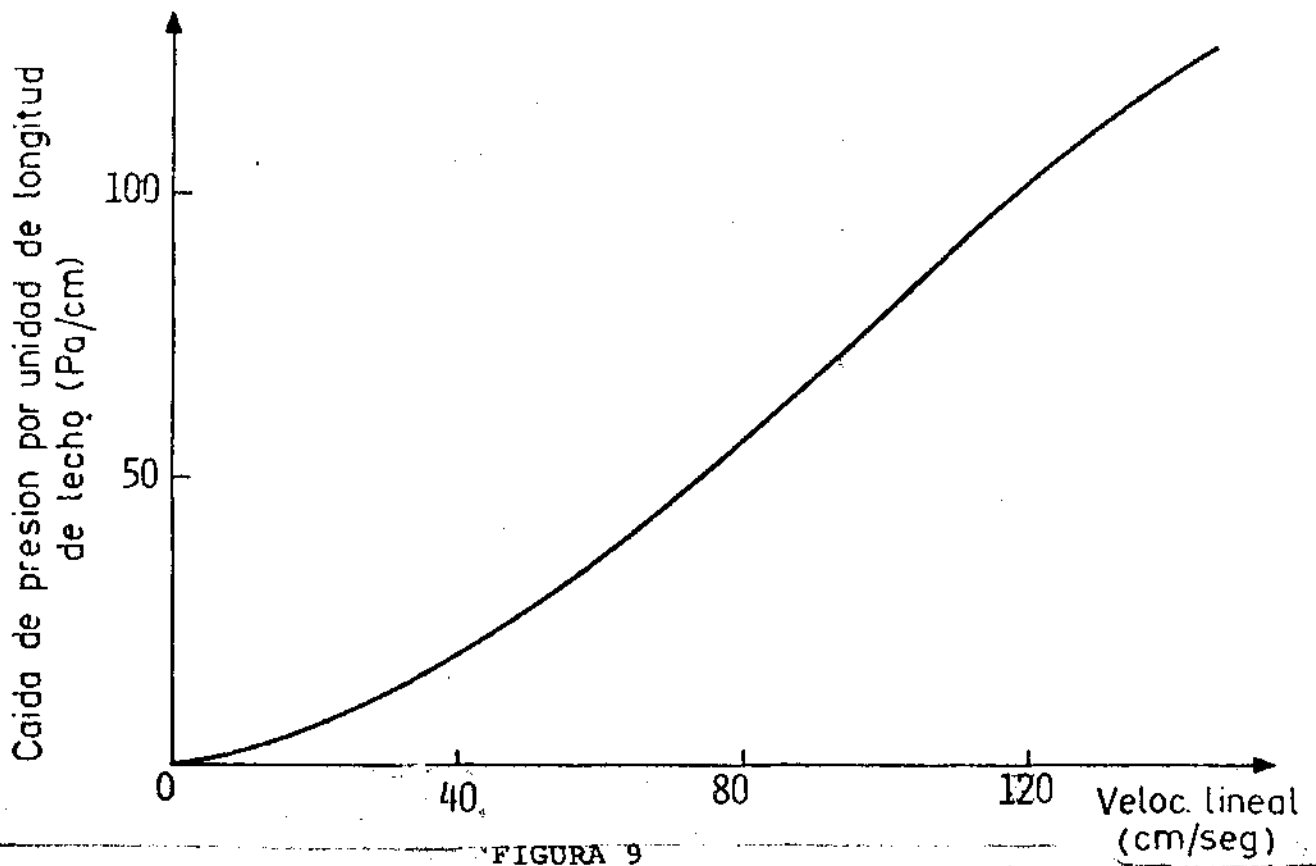


FIGURA 9

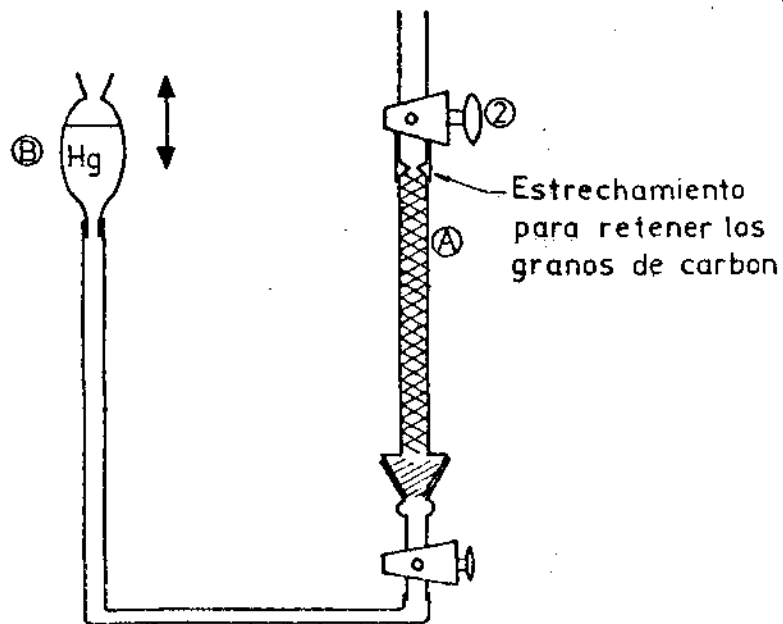


FIGURA 10

APARATO PARA MEDICION DE DENSIDADES CON MERCURIO

7.2. Densidad de los carbones.

7.2.1. Densidad aparente:

Se midió la densidad aparente de distintos carbones llenando con los mismos una probeta de 100 ml, compactando con golpes suaves y pesando el carbón al alcanzar constancia de volumen.

Tabla VII

<u>Tipo de carbón</u>	<u>densidad (g/cm³)</u>
(C ₁) carbón activo OGLTG (CCT)	0,31
(C ₂) carbón animal (MP)	0,60
(C ₃) carbón activo para gases (BDH)	0,49
(C ₄) carbón vegetal (MP)	0,37
(C ₅) OGLTF (C.A.)	0,34
(C ₆) OGLTG (C.A.)	0,33
(C ₆) OGLTG (C.A.) Molino 1037	0,31
(C ₆) OGLTG (C.A.) Molino 1036	0,32
(C ₇) OOGT (C.A.)	0,30
(C ₈) carbón de huesos (M,P)	0,66
(C ₉) FCA 4 x 10 (CAC)	0,58
(C ₁₀) BPL 4 x 10 (CAC)	0,50
(C ₁₁) IVP 4 x 10 (CAC)	0,60

Estos datos de densidad tienen un error del orden de $\pm 5\%$, debido a diferencias de compactación del material en la probeta.

7.2.2. Densidad en Hg

Por este método se desplaza con Hg el aire existente entre los granos de carbón. Las propiedades del Hg impiden su penetración en los poros del carbón y por lo tanto el dato obtenido corresponde a la densidad promedio del grano.

El equipo utilizado se muestra en la figura 10.

7.2.2.1. Técnica.

- 1) Se coloca una masa conocida de carbón en el tubo A.
- 2) Se agrega Hg en B y se eleva la ampolla hasta que el Hg llegue a la llave 2.
- 3) Se cierran las llaves 1 y 2 y se pesa el tubo A con Hg y carbón.
- 4) Se repite la determinación con el tubo A sin carbón y se pesa el Hg.
- 5) Por diferencia se calcula el volumen ocupado por el carbón.

Tabla VIII

Carbón	densidad del carbón en Hg (g/cm ³)
(C ₁)	0,53
(C ₄)	0,62

7.3. Humedad del adsorbente.

Se usó la siguiente técnica:

Se pesó el carbón al 0,1 mg y se introdujo en una estufa al vacío durante 17 horas a 80°C, al cabo del cual se volvió a pesar en igual forma.

Los resultados obtenidos son los siguientes:

Material	Humedad %
(C ₁)	15,4
(C ₆) partida A	18,9
" " B	18,6
" " C	18,6
" " D	16,2
" " E	17,8

7.3.1. Influencia en la absorción

Se realizaron experiencias con el mismo carbón (C_1) al que se determinó la humedad.

Se mantuvo todas las variables (caudal, cantidad de H_2S , geometría, etc.), en el mismo valor, obteniéndose los siguientes resultados

Tabla IX

	Masa de carbón (g)	Masa H_2S	C_e	$\epsilon\%$	Observaciones
Carbón Seco	1) 43,50	1,47	2,7	81	Se calienta 60-70 °C
	2) 35,54	1,47	3,4	83	Se calienta 70-80 °C
Carbón 1)	47,81	1,5	3,1	98,5	Se calienta
Húmedo 2)	39,04	1,47	3,8	100	Se calienta

Se observa una mayor eficiencia en carbones húmedos. Esto puede ser debido a dos efectos: 1) la humedad de los carbones absorbe calor haciendo disminuir la temperatura que se alcanzaría en carbones secos y aumentando la absorción y 2) el H_2O absorbida puede ayudar a retener más H_2S por disolución (efecto cromatográfico sólido/líquido).

Para verificar la importancia relativa de estos dos efectos se realizaron experiencias con carbón seco y húmedo, utilizando una camisa refrigerante con circulación de agua alrededor del tubo con carbón (diámetro 1 cm).

A continuación se resumen los datos obtenidos, para 20 g de carbón y 1,45 g de H_2S .

Tabla X

		<u>ε%</u>
Carbón seco	sin refrigeración	51
	con refrigeración	52,5
Carbón húmedo	sin refrigeración	73,8
	con refrigeración	73,8

Estos datos indican que la presencia de humedad produce un aumento de eficiencia, debido principalmente a un efecto de disolución sobre la superficie carbón / agua.

7.4. Análisis espectrográficos de carbones

Este tipo de análisis se efectuó con tres tipos distintos de carbón, F.C.A. (C_9), B.P.L. (C_{10}) y I.V.P. (C_{11}) de Calgon Activated Carbon a fin de investigar la presencia de impregnantes, así como de impurezas minerales. Se analizaron en la División Química Analítica los siguientes elementos: Be, B, Na, Mg, Se, Si, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Cu, Ag y Ba.

En la Fig. 11 se dan los valores informados para los tres carbones.

El carbón F.C.A. (que tiene alta capacidad de absorción, (Ver Tabla I) contiene Cr y Cu, posiblemente en forma de óxidos, agregados como impregnantes. Su activación se debería por lo tanto a una acción oxidante.

El carbón B.P.L. (también de alta capacidad) tiene alto % de Na y su extracto acuoso es alcalino. Se supone que la activación en este caso se basa en la formación de Na_2S y $NaHS$.

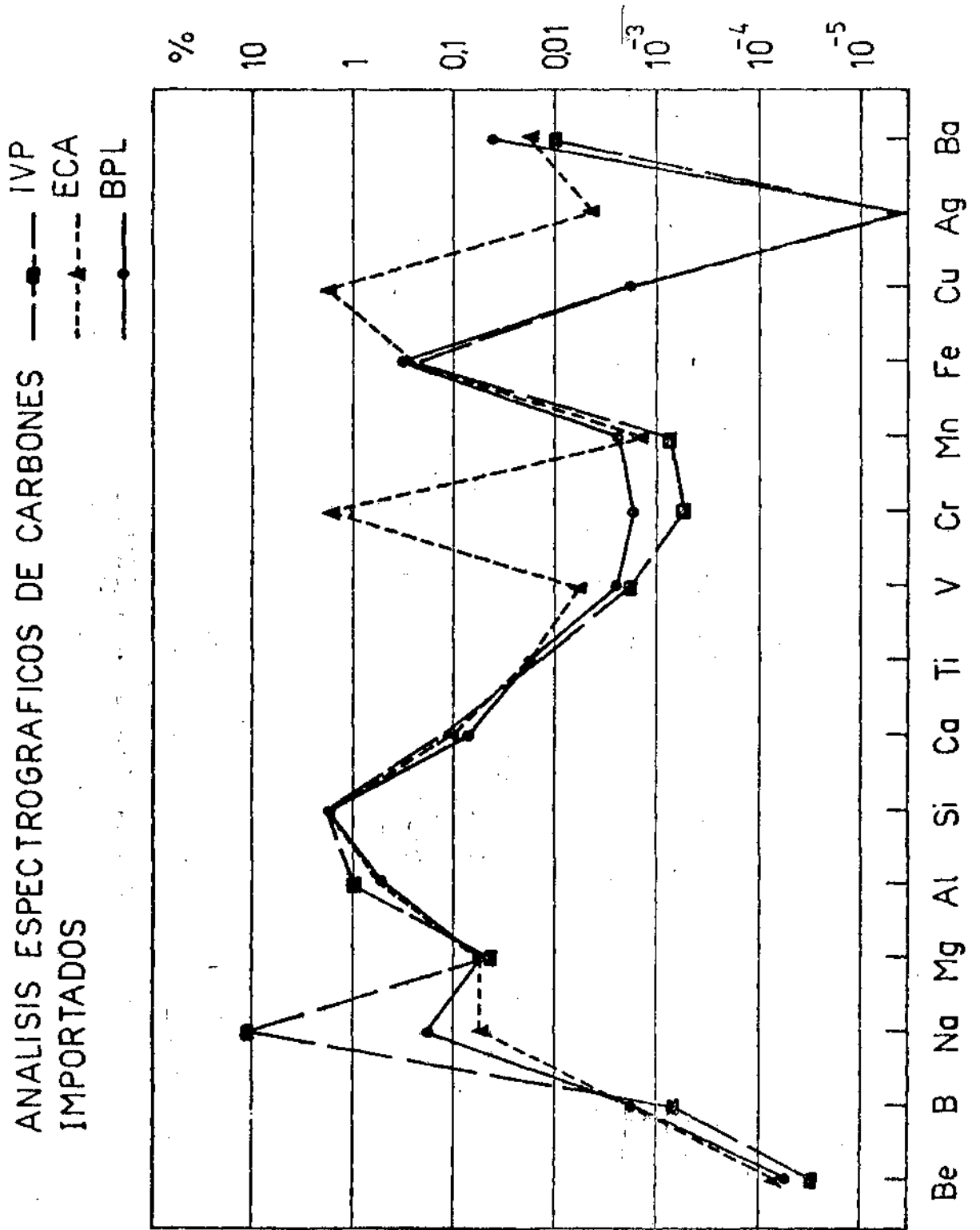


FIG. 11

Los demás valores corresponden a impurezas metálicas, de escasa magnitud y de similar valor. No se deduce una relación entre ellas y la capacidad de adsorción o eficiencia del carbón.

8. EFECTO DE LA FORMA DE INCORPORACION DEL H_2S A LA CORRIENTE DE AIRE

Se realizó una experiencia en la cual el H_2S no se retuvo por condensación, sino que se desplazó con aire un volumen de H_2S gaseoso. Para ello se repiten las operaciones de 2.1.) de 1 a 6 y luego se pasa aire y regula el caudal teniendo 2 y 3 cerradas y 1, 4 y 5 abiertas (Fig.2).

Los resultados obtenidos son los siguientes:

Caudal de aire: 3 litros/ minuto

H_2S : 1,47 g

Tipo de carbón: (C_1)

Condición	C_e	ϵ
1) sin condensar	5,1	63,8 %
2) condensado	7,1	91,3 %

Esta diferencia en la eficiencia (ϵ) puede deberse a que la concentración de H_2S en aire que llega al carbón es distinta en cada caso.

En (1) llega inicialmente H_2S casi puro y luego se mezcla gradualmente con aire, mientras que en (2) se procura producir una dilución más o menos uniforme (aproximadamente 5-7 %) a lo largo del tiempo.

Esto indica que ϵ disminuye para aumentos grandes de concentración de H_2S en aire.

9. DESORCION POR PASAJE DE AIRE EN CARBONES CON H_2S ADSORBIDO

Se realizó una experiencia con carbón (C_1) efectuándose primero una adsorción normal de H_2S y luego un pasaje de aire, que circulaba después por trampas con solución de NaOH 5%. Los valores correspondientes son los siguientes:

Absorción :	Carbón	39 g
	H_2S	1,47 g
	Caudal de aire	3 litros / minuto
	C_e	3,8 %
Desorción:	Aire	3 litros / minuto
	Tiempo	2,5 horas
	H_2S en las trampas	no detectado

Se concluye que, en condiciones normales, no debe esperarse desorción de H_2S por pasaje moderado de aire.

10. ISOTERMA DE ADSORCION

La cantidad relativa de H_2S adsorbido varía con la presión parcial o la concentración de H_2S en la fase gaseosa y esa dependencia es descripta por funciones que se deducen de las teorías de la adsorción de gases sobre superficies sólidas.

En nuestro caso se estudió esa variación a temperatura constante (25°C) verificándose que se cumple con bastante aproximación la ecuación conocida como isoterma de FREUNDLICH:

S_p = capacidad de adsorción a la presión P_e

$$S_p = K = P_e^{1/n} \quad (t = \text{constante})$$

$$\log S_p = \log K + 1/n \log P_e$$

A partir de los datos de la Tabla XI (representados en la

Fig. 12), se obtiene por el método de cuadrados mínimos:

$$\log Sp = 0,55021 + 0,6051 \log P_e \text{ (factor de correlación: 0,9997)}$$

Técnica:

Aparato: Ver Fig. 1

- 1) Se realiza vacío por (A), se cierra (1) y (2) y se mide la presión atmosférica.
- 2) Se agrega H_2S por (B) y se mide la presión para saber la cantidad de H_2S que se agregó.
- 3) Luego se abren las llaves (1) y (2) y se deja que el sistema llegue a la presión de equilibrio, la que se mide (P_e).
- 4) Se cierra (1) y (2) y se agrega H_2S puro (A) midiendo la nueva presión (P_e) y se repiten las etapas anteriores.
- 5) Se verifica la constancia de temperatura: T

Tabla XI
Isoterma de adsorción ($T=25^\circ C$)

Sp	Log Sp	P_e (cm Hg)	log P_e
3,15	0,498	8,3	0,919
8,18	0,913	38,3	1,583
10,91	1,038	63,8	1,805
11,70	1,068	73,0	1,863
11,96	1,078	75,5	1,878

$$Sp = \frac{\text{masa } H_2S \text{ adsorbido (g)}}{\text{masa de carbón (g)}} \times 100$$

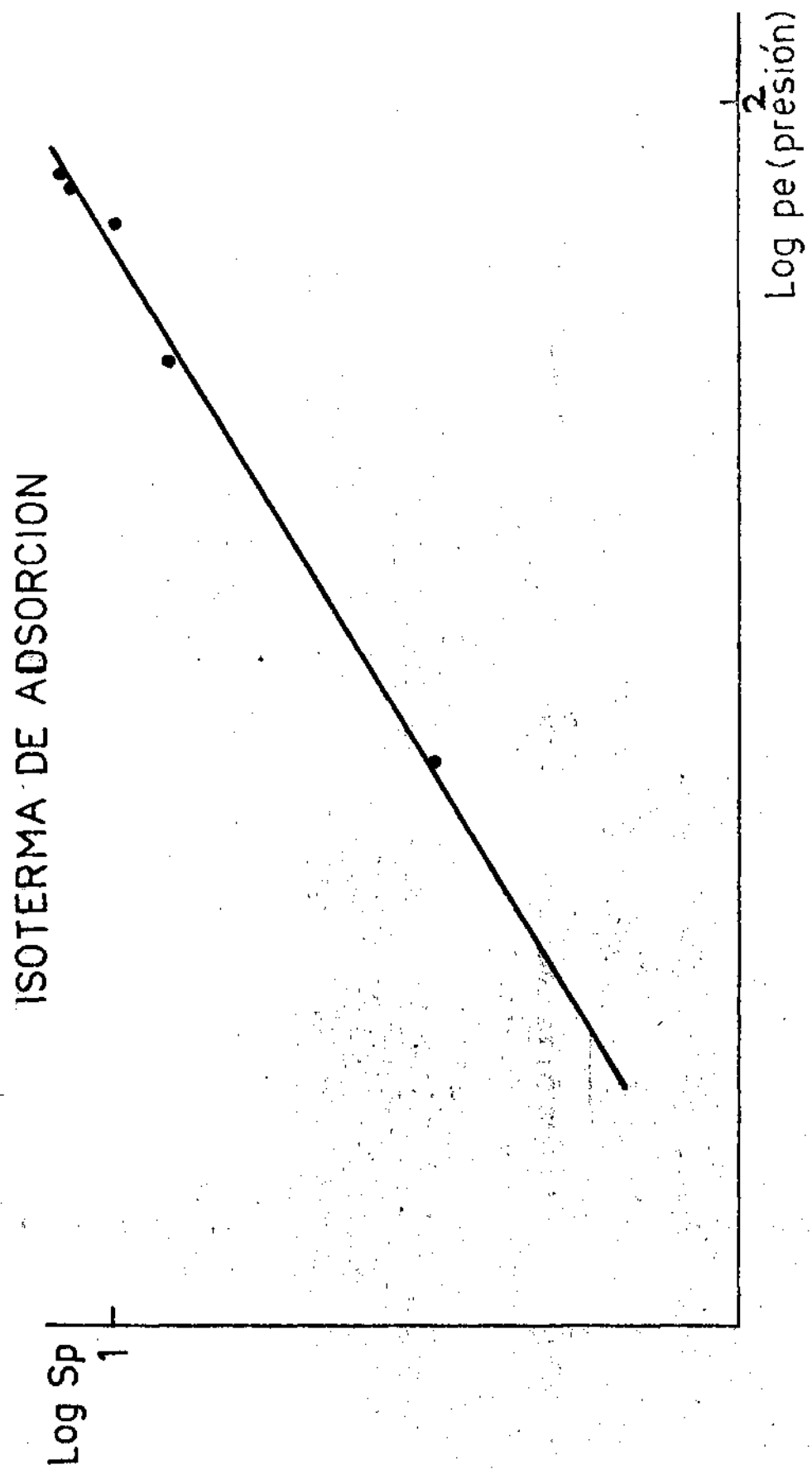


FIG. 12

11. CONCLUSIONES

- 1) De los resultados de Tabla I se deduce que las muestras ensayadas de los materiales (C_1) (C_5) y (C_6) de origen nacional, son comparables a los (C_9) y (C_{10}) importados.
- 2) Los carbones importados (impregnados) (C_9) , (C_{10}) y (C_{11}) desarrollan excesivo calor durante el proceso de sorción en las condiciones requeridas y por lo tanto no son utilizables en este caso.
- 3) Los estudios de eficiencia en función de las variables del proceso (carga específica, largo del lecho, caudal y temperatura) indicaron que se alcanzaron valores mayores de 99% para largos de lecho superiores a 30 cm y cargas menores de 4%, con una velocidad lineal de aire de 0,2 m/s, para algunas de las muestras ensayadas (C_1) (C_6) .

Sin embargo, al intentar la confirmación de esas determinaciones con nuevas muestras del mismo producto comercial, se constató una gran variedad de propiedades entre distintas partidas y la imposibilidad de exigir determinada partida o especificar propiedades de adsorción, debido a su forma de producción y comercialización.

Se concluye finalmente que, aunque algunas muestras llegaron al límite de los requerimientos, es aconsejable disponer de otros materiales más uniformes y que provean un mayor margen de seguridad en sus propiedades.

Para ello sería posible intentar la impregnación de materiales de baja o variable eficiencia, procurando obtener un limitado aumento de ese parámetro, sin llegar a alcanzar una excesiva evolución de calor, como en los carbones impregnados ensayados.