

## **EXPERIMENTO 7: ANÁLISIS DE UNA COLUMNA DE ABSORCIÓN DE CO<sub>2</sub>.**

OBJETIVO: Estudiar la absorción de CO<sub>2</sub> en una columna, determinando la eficacia de absorción de la misma.

### **1.- Introducción.**

Cualquier proceso de fabricación en la industria química se puede resumir mediante la secuencia general:

- Abastecimiento de materias primas.
- Operaciones físicas de acondicionamiento de las materias primas.
- Reacciones químicas.
- Operaciones físicas de separación de productos.
- Acondicionamiento y envasado de productos.

En 1915, el norteamericano Little definió operación unitaria como “cada una de aquellas operaciones básicas en las que se puede descomponer cualquier proceso químico”. A diferencia de los procesos químicos, que alcanzan un número incalculable, el número de operaciones unitarias no es muy elevado (unas 25 ó 30) y al tratar un proceso como una secuencia de operaciones unitarias, se facilita su estudio. En esta práctica nos centraremos en el estudio de una operación unitaria: la absorción. Esta operación se encuadra dentro de las operaciones de separación por transferencia de materia, las cuales se basan en el fenómeno de difusión, según el cual un componente de una mezcla se desplaza en el seno de un absorbente debido a un gradiente de concentración o presión.

Por tanto la absorción es una operación unitaria de transferencia de materia que consiste en poner un gas en contacto con un líquido para que queden retenidos ciertos componentes de la corriente gaseosa. La absorción puede ser física o química, según que las interacciones del gas con el líquido absorbente sean de tipo débil –van der Waals, London, etc.- o fuertes – iónicas o covalentes- dando lugar a que reaccionen con él para dar un nuevo compuesto químico. A la operación unitaria contraria al proceso de absorción, se la conoce con el nombre de desorción (“stripping”) y suele facilitarse mediante arrastre por un gas inerte.

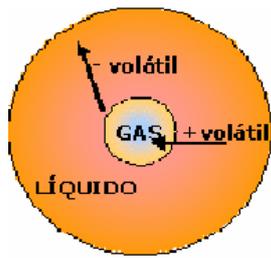


Figura 1

Desde el punto de vista local (figura 1) el fenómeno de absorción se da cuando en un punto cualquiera de la columna se produce el contacto de un gas y un líquido en condiciones de no-equilibrio, lo cual favorece que se realice una transferencia de materia oponiéndose al gradiente de presiones existente (ley de Fick). La fuerza impulsora actuante es, por lo tanto,

la diferencia entre la presión parcial -en la corriente gaseosa- del componente adsorbido y su presión de vapor a la temperatura de trabajo.

Se puede usar para la absorción el mismo equipo que se usa en una destilación, ya que las fases en contacto serán también un líquido y un gas. No obstante las columnas no necesitan calderín ni condensador de cabeza. El tipo de columnas usadas pueden ser columnas de platos (contacto discontinuo o por etapas), o bien columnas de relleno (contacto continuo). En ambos casos se emplea la fuerza gravitatoria para la circulación del líquido y el gas en contracorriente.

Algunos dispositivos emplean medios mecánicos para facilitar el contacto entre las fases. Así tenemos las torres de pulverización que son columnas vacías en las que el líquido entra a presión por un sistema de pulverización, circulando el gas en sentido contrario; y los sistemas centrífugos donde el gas se hace pasar a través del líquido en rotación.

Muchos procesos industriales de absorción van acompañados de reacción química; así se pueden eliminar gases ácidos -tales como  $H_2S$ ,  $CO_2$ ,  $SO_2$ - de distintas corrientes gaseosas, empleando ya sea agua a presión, soluciones de hidróxidos alcalinos o de etanolaminas. También se puede usar para el secado de gases (eliminación del vapor de agua), como por ejemplo en la producción de cloro mediante electrólisis, donde el cloro obtenido se seca haciéndolo pasar a través de ácido sulfúrico concentrado, en contracorriente.

En esta práctica se procede a hacer pasar una corriente de  $CO_2$  por la columna de absorción que contiene una solución acuosa de hidróxido de sodio ( $NaOH$ ). La absorción del  $CO_2$  se seguirá por medición del pH en función del tiempo. Cuando el  $CO_2$  se disuelve reacciona con el agua para dar ácido carbónico ( $H_2CO_3$ ) de acuerdo al siguiente equilibrio



como ácido débil que es, se disocia parcialmente formando los iones carbonato y bicarbonato, según las reacciones:



siendo por tanto la reacción del  $\text{CO}_2$  absorbido con el NaOH en disolución la siguiente:



Para determinar si todo el  $\text{CO}_2$  se ha absorbido en la columna, calculamos la capacidad máxima de absorción de la misma. Para ello cómo conocemos la cantidad de NaOH que ha reaccionado, podemos conocer la cantidad de  $\text{CO}_2$  que se ha absorbido. La capacidad de absorción tiene la siguiente expresión:

$$\text{Capacidad} = \frac{\text{moles de CO}_2 \text{ absorbidos}}{\text{Volumen de la columna}}$$

La cantidad de  $\text{CO}_2$  que pasa a través de la columna se determina a partir del caudal de  $\text{CO}_2$  que suministramos con la bala de gas y la presión de dicha corriente. El caudal de gas se determina mediante un caudalímetro de burbuja; de manera que conociendo el caudal de gas, la presión del mismo y la temperatura ambiente, podemos saber los moles de  $\text{CO}_2$  que hemos hecho pasar por la columna.

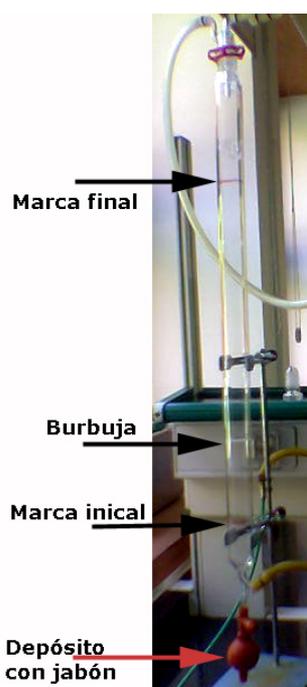
## **2. Parte experimental.**

### **Preparación de la disolución de relleno de la columna**

Se prepara una disolución diluida de hidróxido de sodio (1 M) pesando en un granatario la cantidad necesaria de "lentejas" de NaOH para preparar 1L (se enseñarán los cálculos al profesor para que de su visto bueno antes de realizar alguna operación). Las "lentejas" de NaOH se introducen en un matraz aforado de un litro rellenándolo hasta aproximadamente la mitad de su capacidad con agua. Se agita el matraz suavemente mediante un movimiento circular para favorecer la disolución

del NaOH (la disolución se calentará al ser exotérmico el proceso, precaución con no quemarse con el fondo del matraz), una vez que se hayan disuelto del todo las "lentejas" de NaOH adicionar 15 o 20 gotas de disolución de fenoftaleina y otras 15 o 20 de disolución de azul de bromotimol, completando el llenado del matraz con agua hasta el enrase. Posteriormente tapar el matraz e invertirlo tres o cuatro veces para que se homogenice la disolución. Determinese el pH de la disolución obtenida (el bulbo del electrodo de pH debe enjuagarse con agua después de cada medida, y reintroducirlo en su caperuza de protección la cual estará llena de agua) **EN NINGÚN MOMENTO SE DEBE TOCAR EL BULBO DEL ELECTRODO DE pH CON LAS MANOS.**

#### **Puesta a punto del montaje y regulación del caudal de CO<sub>2</sub>**



Se comprueba que la llave de desagüe del sistema está cerrada y se procede al llenado de la columna de absorción con 600 ml de agua. Se abre la llave general de la bala de CO<sub>2</sub> (llave azul) regulando el caudal mediante la llave negra del manorreductor aproximadamente a 300 ml/min (antes de empezar preguntar al profesor responsable sobre la posición aproximada de apertura). El caudal se medirá controlando el tiempo que una burbuja tarda en recorrer el espacio comprendido entre las dos marcas del caudalímetro (750 mL). Una vez ajustado el caudal de gas, se procede al vaciado de la columna, abriendo la llave de desagüe del sistema. Cuando se termine de vaciar la columna,

se cierra de nuevo la llave de desagüe y se procede a llenar la columna con 600 mL de disolución de NaOH 1N; con la ayuda de un embudo y de la probeta de 1000 mL se verterá dentro de la columna, posteriormente se pondrá el electrodo de pH inserto en el tapón en la boca superior de la columna, procediendo al encendido del pHmetro.

## Seguimiento de la absorción en la columna



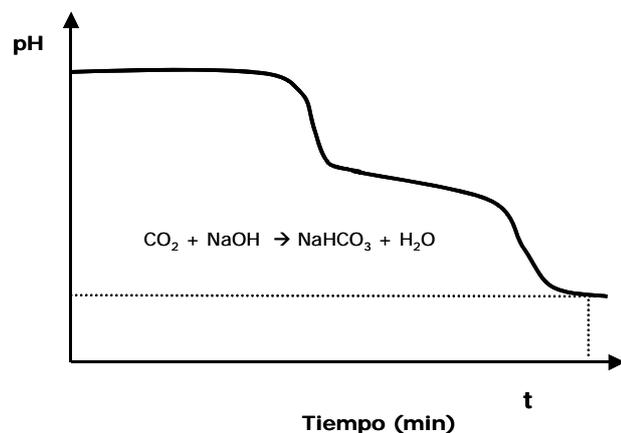
Se empieza a contar el tiempo y medir el pH nada más rellenar la columna con la disolución de NaOH, tomándose valores de pH cada dos minutos, indicando en la tabla la cantidad de CO<sub>2</sub> (expresada en moles) que ha pasado por la columna hasta ese momento. De la posterior representación del pH frente al tiempo se podrá determinar la capacidad de absorción de la columna. Se realizarán medidas del pH hasta que no se observe ninguna variación del mismo en un largo

intervalo de tiempo (pH < 5,9).

De la gráfica pH vs. tiempo podemos determinar el tiempo de saturación, que se corresponde con el de estabilización del pH.

Este tiempo de saturación lo utilizaremos para determinar la cantidad de CO<sub>2</sub> burbujeadado a través de la columna, mediante la expresión

$$n^{\circ} \text{ moles CO}_2 = Q_{\text{CO}_2} \cdot t$$



## Parada del flujo y recogida y limpieza del material utilizado

En el momento en el que se dejen de realizar las medidas, se cerrará la llave de la bala de CO<sub>2</sub> y se abrirá la llave de desagüe de la columna. Se retira el tapón de arriba de la columna, con el electrodo de pH y se lavará el bulbo con agua apagándose posteriormente el pHmetro. Se dejará el montaje tal y como estaba antes de realizar la práctica, para ello **se acondicionará la columna antes de terminar la práctica** siguiendo las indicaciones dadas en el apartado 4 de este guión.

### **3. Materiales y reactivos.**

- Columna de absorción rellena con anillos Raschig.
- Bala de CO<sub>2</sub> con manorreductor y llave de control de caudal.
- pHmetro con electrodo montado sobre tapón perforado.
- Embudo.
- Cronómetro.
- Preparación de la disolución de NaOH
  - Matraz erlenmeyer de 1L
  - NaOH (en "lentejas")
  - Probeta de 1000mL

### **4. Medidas de seguridad y vertido de residuos.**

En todo momento se seguirán las indicaciones generales que se comentan en el anexo sobre seguridad. Será imprescindible llevar bata, gafas de seguridad y calculadora. **Será imprescindible el uso de gafas de seguridad** para todo el personal que este en las inmediaciones del sistema a presión.

Para el llenado de la columna de absorción, así como para la colocación y retirada del tapón de su boca superior es imprescindible usar la escalera que para este fin se encuentra en las inmediaciones.

La disolución que está en la columna se eliminará por la pila.

Para el  **acondicionamiento de la columna** , se seguirán los siguientes pasos:

1. Eliminada la disolución de NaOH de la columna, se lavará la columna con aproximadamente dos litros de agua. Vaciándose completamente la misma.
2. Se vierte el resto de la disolución de NaOH 1 M en la probeta de 1000 mL para su traslado a la columna de absorción, vaciándose la misma posteriormente.
3. Se sigue añadiendo agua a la columna hasta ver que ya no queda ningún resto de color indicativo de la presencia de NaOH en la columna.

## EXPERIMENTO 7: ANÁLISIS DE UNA COLUMNA DE ABSORCIÓN DE CO<sub>2</sub>.

Nombre y apellidos del coordinador:

--

Nombre y apellidos de los otros miembros del equipo:


Grupo de laboratorio:

Fecha de realización de la práctica:

### Disolución de NaOH 1M

Peso de NaOH =      g

pH<sub>esperado</sub> =

pH<sub>inicial</sub> =

### Regulación del caudal:

T<sup>a</sup><sub>inicial</sub> =

P<sub>manorreductor</sub> =

Tiempo entre marcas =      min

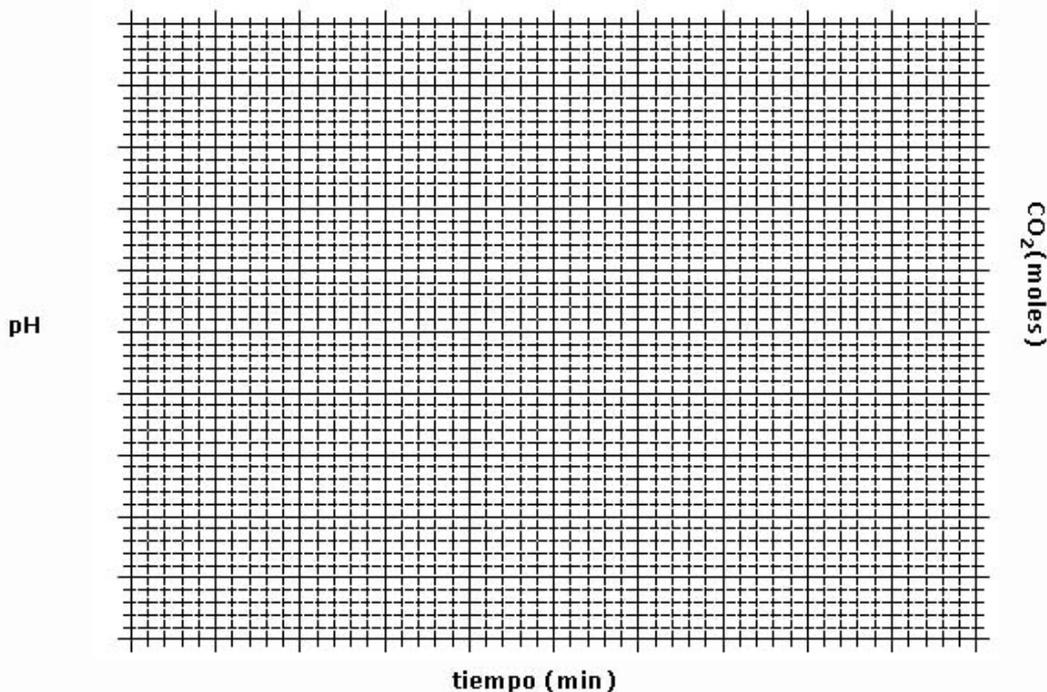


Q =      L/min

**TABLA DE VARIACIÓN DEL pH CON EL TIEMPO**

T(min)	0	2	4	6	8	10	12	14	16
CO <sub>2</sub> (moles)									
pH									
T(min)	18	20	22	24	26	28	30	32	34
CO <sub>2</sub> (moles)									
pH									
T(min)	36	38	40	42	44	46	48	50	52
CO <sub>2</sub> (moles)									
pH									
T(min)	54	56	58	60	62	64	66	68	70
CO <sub>2</sub> (moles)									
pH									
T(min)	72	74	76	78	80	82	84	86	88
CO <sub>2</sub> (moles)									
pH									

Representar el pH frente al tiempo.



**Cálculo de la capacidad de saturación de la columna:**

$\text{pH}_{\text{inicial}} =$                        $\text{pH}_{\text{saturación}} =$

$\text{CO}_2(\text{absorbido}) =$                       moles

Capacidad de absorción =

**Cálculo de la eficiencia de la columna:**

$t_{\text{saturación}} =$                       min                       $\text{CO}_2(\text{burbujeado}) =$                       moles

Eficiencia (%) =

**Cuestiones:**

- 1) Si el pH medido antes de comenzar a pasar la corriente de gas con  $\text{CO}_2$ , no se corresponde con el esperado para la concentración de NaOH utilizada en la práctica, dar una posible explicación a esta observación.
- 2) Teniendo en cuenta los pKas del  $\text{CO}_2$  en disolución acuosa, ¿Qué tipo de curva deberíamos encontrar?
- 3) En la reacción de absorción del  $\text{CO}_2$  con el NaOH, ¿se forma algún tipo de precipitado? Basaros tanto en la observación experimental, como en los valores de solubilidad de los potenciales productos obtenidos.
- 4) Explicar la variación de coloración de la columna con el tiempo ¿Ha habido algún comportamiento especial?

(Continuad las respuestas en el anverso de esta hoja)