

Optimización de la presión parcial de oxígeno de una columna de purificación de gases

R. Bermúdez, Instituto de Materiales y Reactivos para la Electrónica, Universidad de La Habana
F. Quevedo, I. Guerasimenko y J. Arteaga, Facultad de Física, Universidad de La Habana
O. Pérez, Instituto de Materiales y Reactivos para la Electrónica, Universidad de La Habana

RESUMEN

Se reporta el régimen óptimo de trabajo de una columna de purificación de gases, capaz de establecer una presión parcial de oxígeno de $4,5 \times 10^{-6}$ atm por espacio de más de 6 horas en un flujo de Argón de 1 L/min. Para la medición del nivel de oxígeno en el gas, se construyó una celda de electrolito sólido de composición 0,85 ZrO₂ 0,15 CaO. Se reportan las condiciones óptimas de medición de dicha celda.

ABSTRACT

It is reported the optimal regime of performance in a system of gas purification, able to establish an oxygen partial pressure of $4,5 \times 10^{-6}$ atm for over 6 hours in an Argon flux of 1 L/min. A solid electrolytic cell with composition 0,85 ZrO₂ 0,15 CaO was devised in order to measure the oxygen level in the gas. The optimal conditions of measurement for this cell are reported.

INTRODUCCIÓN

En la obtención de diversos materiales en el laboratorio se presenta frecuentemente el problema de purificar y controlar los niveles de oxígeno en la atmósfera utilizada. Para ello es necesario utilizar eficientes sistemas de purificación de gases y métodos exactos de medición del grado de purificación alcanzado.

Uno de los sistemas de medición de concentración de oxígeno más sensibles y exactos, es el sistema de los electrolitos sólidos [1]. Los electrolitos sólidos son cerámicas que presentan por lo general la estructura de la Fluorita y en cuya composición se han introducido mediante el dopaje con un óxido, de menor valencia que el catión principal, vacancias de oxígeno, las cuales permiten a determinadas temperaturas medir el contenido de oxígeno de un gas por conducción aniónica. La determinación se realiza al medir la f.e.m. entre el electrodo de medición y el de referencia, situados en el interior y exterior respectivamente de la celda y se calcula según la ecuación de Nernst [2]:

$$E = \frac{RT}{4F} \ln \frac{P'_{O_2}}{P''_{O_2}}$$

donde:

- R constante de los gases.
- T temperatura.
- F constante de Faraday.
- E fuerza electromotriz
- P'_{O_2} presión parcial de oxígeno en el electrodo interno.
- P''_{O_2} presión parcial de oxígeno en el electrodo de referencia.

Dependiendo de la temperatura y de la P_{O_2} se presentan 3 mecanismos de conducción [1]:

1. Conductividad por iones.
2. Conductividad por electrones.
3. Conductividad por huecos.

Trabajando en condiciones óptimas se logra que para un rango amplio de temperatura la conducción por electrones y por huecos sea prácticamente nula, es decir que el número de transporte iónico t_1 sea aproximadamente igual a 1.

PARTE EXPERIMENTAL

Con el objetivo de obtener Argón con un contenido mínimo de oxígeno, se construyó un sistema simple de purificación de gases por etapas. La etapa de prepurificación está constituida por un tubo de alúmina de 60 cm de longitud y 2,5 cm de diámetro, en cuya superficie exterior se enrolló una resistencia de aleación NiCr que permite obtener una temperatura máxima de calentamiento de 800 °C con una potencia de 500 Watts. Todo fue recubierto con amianto y ladrillo refractario. En el interior del tubo se colocaron alambres finos de cobre cuya superficie fue previamente purificada y activada.

Para la medición de los niveles de purificación se diseñó y construyó una celda de electrolito sólido, como se observa en la figura 1, a partir de un tubo de cerámica de composición 0,85 ZrO₂ 0,15 CaO. La f.e.m. fue

medida con un milivoltmetro digital de alta impedancia de entrada, con una sensibilidad de 0,1 mV.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Con el objetivo de comprobar el cumplimiento de la Ley de Nernst en el rango de 800-1000 °C para nuestra celda, se midió la dependencia de la f.e.m. con la temperatura, haciendo pasar a través de la celda, Argón certificado con un flujo de 1 L/min. Este flujo se mantuvo constante, incrementándose la temperatura en 20 °C cada 0,5 h. El resultado de esta medición se observa en la figura 2. Para la zona investigada es válido proponer una relación lineal entre la f.e.m. y la temperatura.

En la figura 3, se observa la dependencia de la f.e.m. con el flujo.

La relación entre la f.e.m. y la presión parcial de oxígeno fue estudiada para comprobar el cumplimiento de la ley de Nernst en el rango de 10^{-3} a 10^{-1} atm. Esta medición se realizó a una temperatura de 1000 °C y un flujo de 1 L/min, regulándose las distintas concentraciones de oxígeno de la mezcla O_2/Ar mediante un flujómetro [3]. El resultado se observa en la figura 4. De aquí se deriva la siguiente relación lineal empírica:

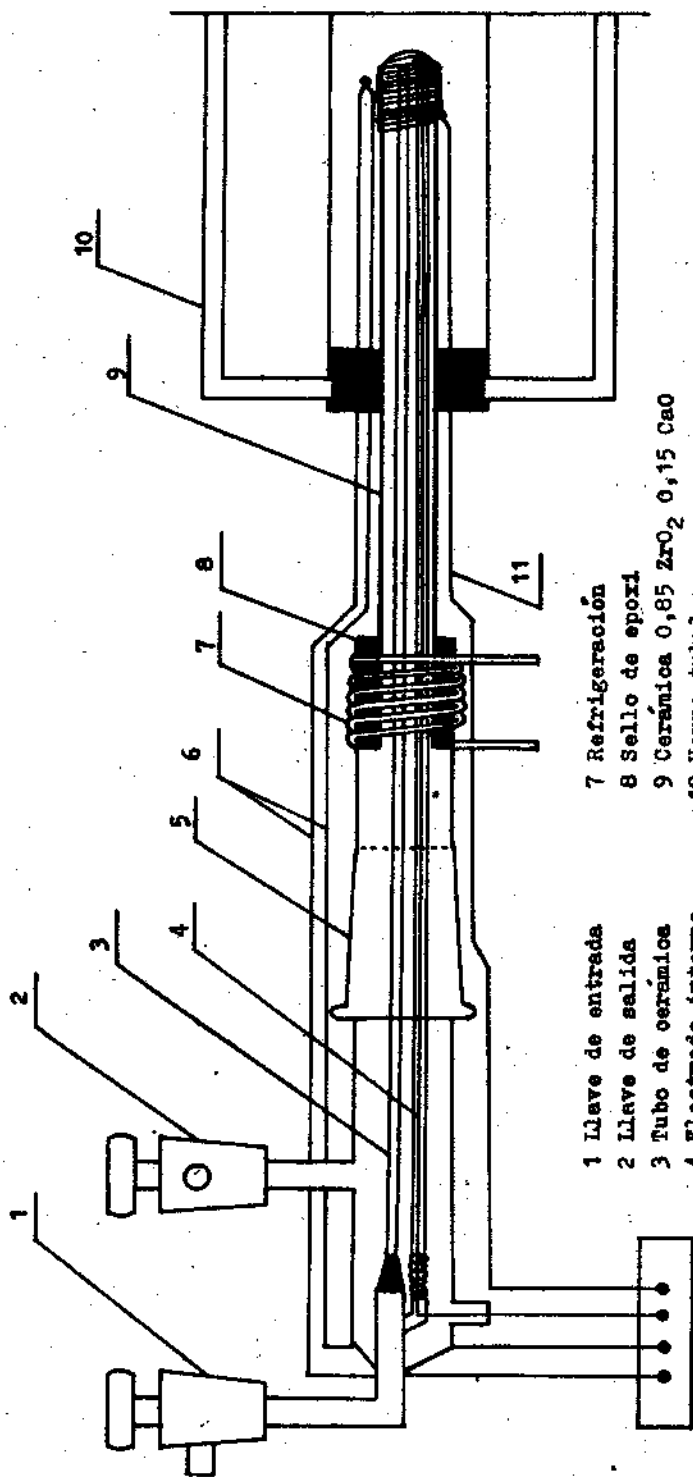
$$E = -(68,8 + 6,8) \log PO_2 - 67,7 + 10,5$$

se observa que la pendiente de la curva experimental representada por cruces coincide con la de la curva teórica, con un margen de error de un 10 %.

La presión parcial de oxígeno del Argón certificado de procedencia nacional evaluada en nuestras condiciones según la ley de Nernst es de $2,3 \times 10^{-5}$ atm. Al introducir el Argón en el sistema el nivel de oxígeno se eleva a 3×10^{-5} atm. Una vez iniciado el calentamiento de la columna, comienza a disminuir el contenido de oxígeno en el gas, alcanzando un mínimo de $4,5 \times 10^{-6}$ atm a la temperatura de 630 °C, como se observa en la figura 5. Mediante esta medición se logró comprobar que esta etapa de purificación es capaz de mantener el nivel de oxígeno en el valor anteriormente reportado por espacio de como mínimo 6 h.

CONCLUSIONES

La columna de purificación estudiada permite, a una temperatura de 630 °C, alcanzar y mantener una presión parcial de oxígeno de $4,5 \times 10^{-6}$ atm en un flujo de argón de 1 L/min por un tiempo mínimo de 6 h. Se demuestra que la celda de electrolito sólido, en las condiciones descritas en este trabajo, es capaz de realizar mediciones de la presión parcial de oxígeno en gases a un flujo de 1 L/min con un error menor al 10 %.



- 1 Llave de entrada
- 2 Llave de salida
- 3 Tubo de cerámica
- 4 Electrodo interno
- 5 Boca de vidrio
- 6 Termopar Pt/PtRh.

- 7 Refrigeración
- 8 Sello de epoxi
- 9 Cerámica $0,85 \text{ ZrO}_2$ $0,15 \text{ CaO}$
- 10 Horno tubular
- 11 Electrodo de referencia

fig.1

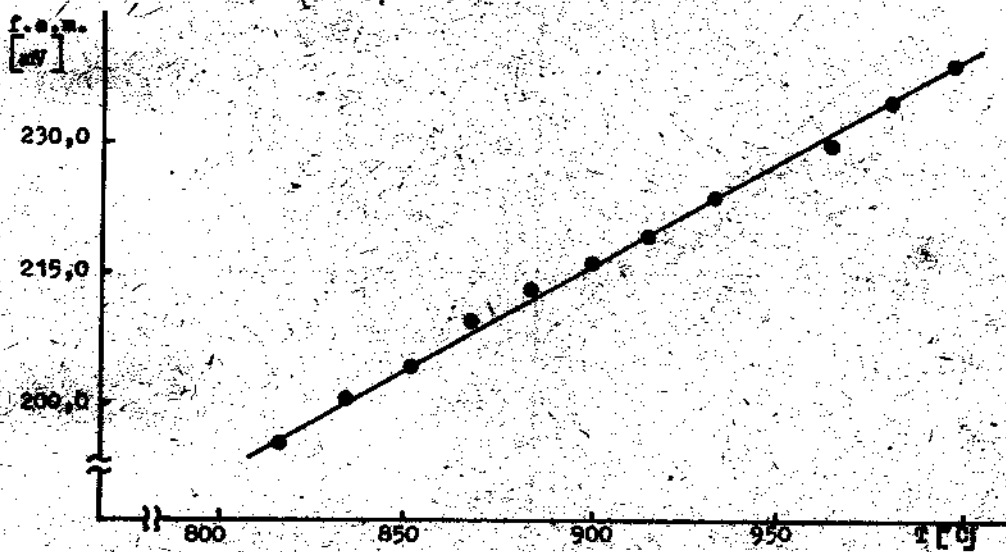


fig. 2

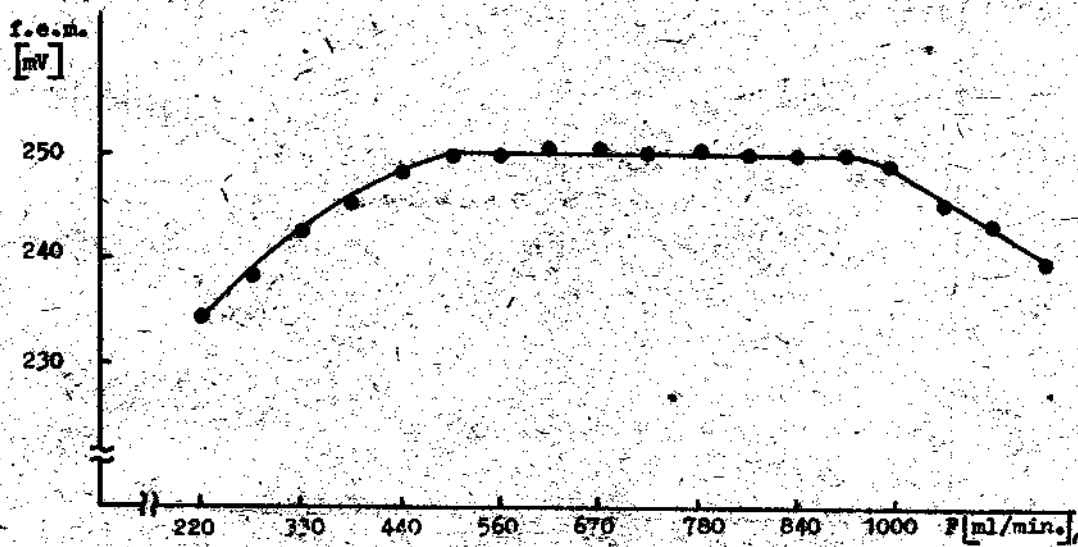


fig. 3

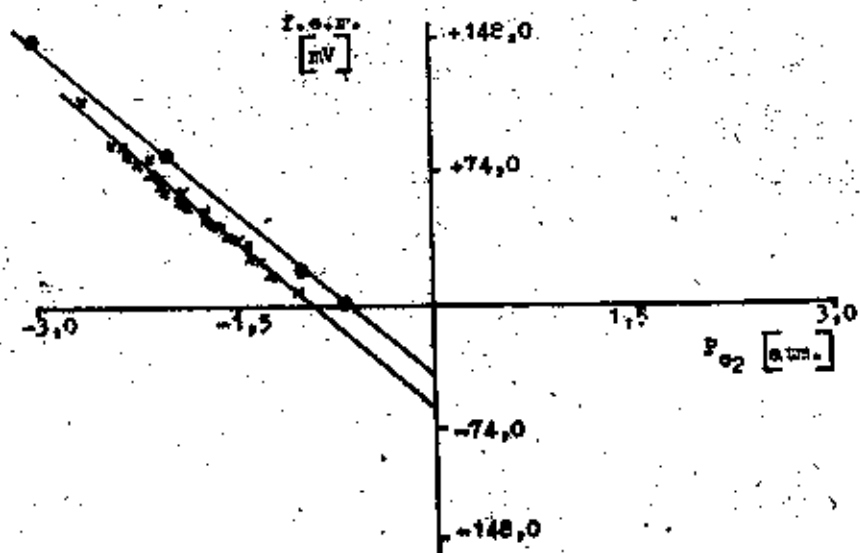


fig. 4

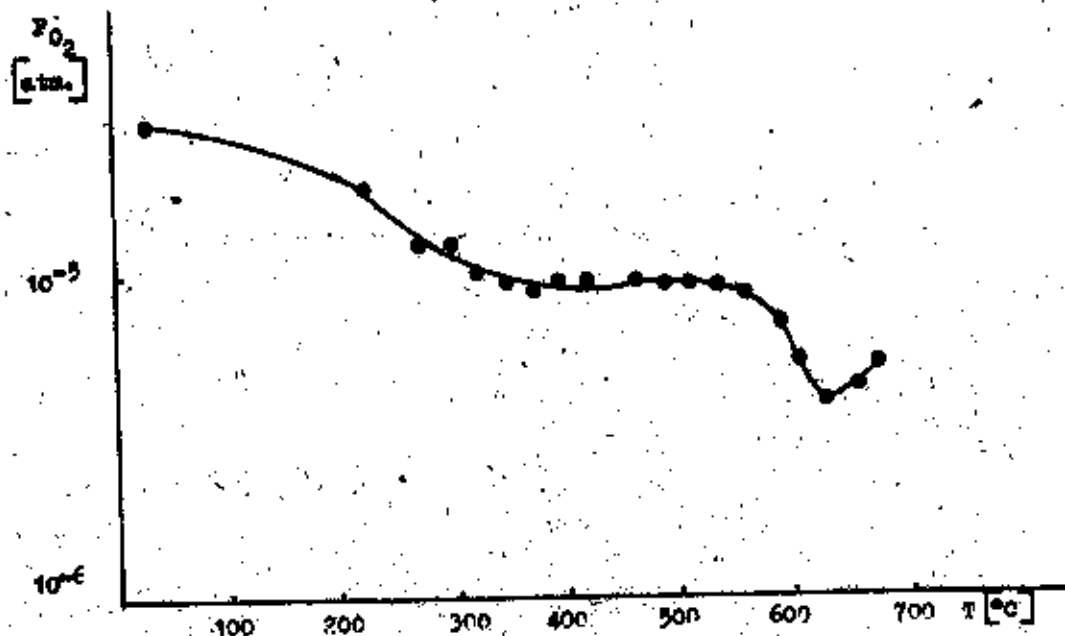


fig. 5

- [1] Chandra, S.
Superionic Solids, principles and application North-Holland
Publishing company (1981).
- [2] Kiukkola, K. and C. Wagner
J. Elektrochem. Soc. (1957).
- [3] Arteaga, J.
Tesis de Grado. Facultad de Física. Universidad de La Habana. (1987).