

Ensayos de materiales en atmósferas simuladas

II. Diseño de un sistema de simulación

J. VALE, V. CORTES y A. MARTIN
Departamento de Química de la E. S. de Ingenieros Industriales de Sevilla

RESUMEN

Establecidos en una publicación anterior los criterios que guían el diseño de un sistema de simulación, en este trabajo se presenta la realización, en nuestro Departamento, de una instalación versátil, de tipo modular, que permite, en su conjunto, realizar gran parte de las experiencias de alteración citadas en la bibliografía y otras diversas y más complejas que se pueden programar.

Se plantean las soluciones adoptadas para el acondicionamiento del aire (secado y depuración), la simulación de la atmósfera (temperatura, humedad, radiación, condensaciones, lluvia, nieblas salinas y concentraciones de SO₂, FH, NO₂, C₃H₆, etc., así como de contaminantes secundarios), el recinto de exposición de las muestras y la instalación de muestreo para el seguimiento de las condiciones simuladas. Es de destacar la posibilidad, rara vez encontrada en otros sistemas, de evaluar efectos sinérgicos de distintas variables y de simular la generación de contaminantes secundarios.

Además de la descripción de las soluciones particulares, el trabajo recoge una metodología para abordar el diseño de cada una de las secciones de la instalación que, por su carácter general, presenta un especial interés.

SUMMARY

There having been established in a previous publication the criteria which guide the designing of a system of simulation, in this work is presented the carrying out, in our Department, of a versatile installation, of a modular type which allows, in its whole, to carry out a large part of the experiments of alteration referred to in the bibliography and others, of a different nature and more complex, which may be programmed.

There are presented the solutions adopted for the air conditioning (drying and purifying), the simulation of the atmosphere (temperature, humidity, radiation, condensations, rain, saline mists and concentrations of SO₂, FH, NO₂, C₃H₆, etc., as likewise secondary contaminations), the area of exposition of the samples and the installation of sampling in order to follow the conditions simulated. The possibility may be emphasized, rarely encountered in other systems, of evaluating sinergetic effects of different variables and of simulating the generation of secondary pollutants.

Apart from the description of the particular solutions, the work gathers a methodology to comprise the designing of each of the systems of the installation which, because of its general character, is of special interest.

1. INTRODUCCION

En una publicación anterior (1) los autores revisan los criterios que deben guiar el diseño y construcción de un sistema de simulación. En este informe se procede a la descripción de un sistema particular construido en nuestro Departamento. Aun cuando las soluciones adoptadas se han elegido por estimarlas las mejores, no dejan de ser unas propuestas particulares y, probablemente, podrían encontrarse argumentos que permitieran recurrir a técnicas o equipos diferentes. Es por ello que se desea hacer especial énfasis en que, tanto en lo que se refiere al diseño del sistema como a los resultados obtenidos con él, se considera de tanto interés la metodología seguida, aplicable con carácter general, como los elementos o valores específicos de nuestra aplicación.

Las directrices que han guiado el desarrollo de la instalación de simulación han sido, por una parte, la economía y sencillez de las soluciones adoptadas y, por otra, la versatilidad de aplicaciones. En principio, ambos objetivos parecen estar reñidos, puesto que el aumento de las

aplicaciones supone una complicación de la instalación y, por tanto, un costo más elevado; en cualquier caso, se han evitado soluciones sofisticadas y se ha intentado siempre recurrir a elementos comunes de laboratorio o que pudiesen fabricarse de modo sencillo en el mismo.

El primer paso en instalaciones de este tipo es decidir cuáles son las variables que se van a simular, decisión que, en nuestro caso, se ha efectuado con gran amplitud de miras con el fin de obtener la deseada versatilidad. Fruto de ello es el que en la instalación construida se puedan realizar los ensayos más comunes recogidos en la bibliografía, como los de temperatura, humedad, radiación, nieblas salinas y contaminantes, además de otros específicos que puedan programarse para estudios sistemáticos de alteración. En relación con los contaminantes se ha incluido, además del SO_2 , que es el más frecuentemente estudiado, FH , NH_3 , C_3H_6 y NO_2 por las razones que se consideran a continuación.

El *fluoruro de hidrógeno* está considerado como un contaminante minoritario debido a que normalmente se encuentra en el ambiente en concentraciones muy pequeñas; sólo en la proximidad de ciertos núcleos fabriles se detectan valores relativamente elevados. Su acción sobre vegetales y animales se ve reforzada por su facultad de acumulación que llega a originar graves daños. Por otra parte, es un compuesto químico extremadamente reactivo capaz de atacar gran número de materiales. Aun cuando estos aspectos ya justifican suficientemente su inclusión en un sistema de simulación del que se pretenden amplias aplicaciones, existe además el hecho de que su gran reactividad condiciona en gran medida el diseño del sistema de simulación, obligando a una cuidadosa selección de materiales de construcción y a un riguroso control de temperatura en determinadas partes de la instalación (2, 3).

El *amoníaco* no es un compuesto especialmente agresivo y su presencia en el ambiente se debe, sobre todo, a procesos naturales. Su inclusión se justifica por la importancia de comprobar el comportamiento de la instalación frente a uno de los pocos componentes con carácter básico presentes normalmente en atmósferas. De interés, además, son los efectos sinérgicos con otros contaminantes (4).

Uno de los grandes problemas encontrados en los ensayos en atmósferas simuladas realizados hasta la fecha es que no proporcionan las condiciones necesarias para la transformación de los contaminantes primarios. Se han esbozado, por ello, unas experiencias de simulación de *smog fotoquímico*, basadas en los estudios de reactividad atmosférica, que han cobrado un gran desarrollo en los últimos años (5, 6, 7). Para la simulación de estos procesos la mayoría de los autores proponen un hidrocarburo representativo de aquellos presentes en el ambiente, que suele ser el propileno (8, 9), una mezcla de óxidos de nitrógeno, con una mayor proporción de óxido nítrico; introducen también ocasionalmente ozono (10) y, por supuesto, someten la mezcla así generada a una fuente de radiación que emita con un espectro similar al solar, especialmente en aquellas longitudes de onda responsables de los procesos químicos.

Con vistas a simplificar la simulación, en nuestras experiencias se ha optado por generar una atmósfera conteniendo solamente propileno y dióxido de nitrógeno, como contaminantes responsables del proceso de formación de smog. El hecho de recurrir al óxido nítrico o al dióxido de nitrógeno no influye en el tipo ni en la cantidad de compuestos formados, pero este último compuesto acelera el comienzo de las reacciones generadoras de los contaminantes secundarios (11) y esto se traduce en un tiempo de residencia necesario menor en la cámara de ensayos, disminuyendo así los problemas de adsorción. No se ha considerado necesaria la introducción de ozono porque, además de ser muy costosa su generación, este componente se produce en las reacciones fotoquímicas inducidas. En las condiciones descritas se logra, pues, la simulación de un proceso fotoquímico con sólo dos componentes. Si se añade anhídrido sulfuroso a la mezcla se produce también la transformación del mismo con formación de ácido sulfúrico (12, 13, 14), un contaminante secundario detectado en la proximidad de núcleos industriales en concentraciones muy apreciables.

2. CARACTERISTICAS GENERALES DEL SISTEMA DE SIMULACION

La instalación desarrollada, de un tipo modular, puede desglosarse en 10 grandes bloques o secciones como se representa en la figura 1. En las dos primeras secciones se realiza el acondicionamiento del aire de la atmósfera simulada. Las secciones 3 a 8 permiten la generación de esta atmósfera, pudiéndose considerar la unidad de medida y regulación como el corazón de toda la instalación, ya que desde ella se fijan los caudales de las distintas corrientes y, por tanto, las condiciones de la mezcla. La cámara de ensayos (sección 9) incluye el recinto en el que se efectúa la exposición de las muestras y, por último, la instalación de muestreo posibilita la comprobación, en todo momento, de las condiciones de ensayo.

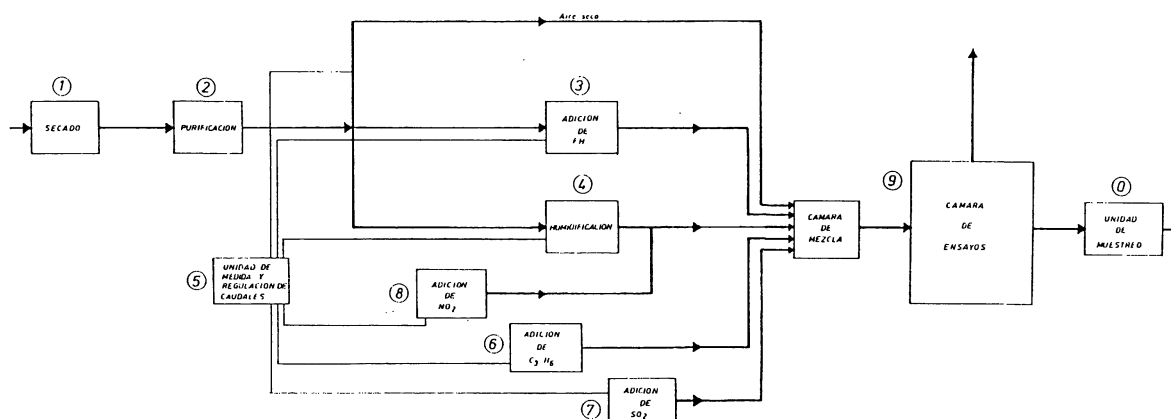


Fig. 1.—Diagrama de bloques de la instalación.

Los parámetros simulados y el rango de valores que pueden obtener son:

- *Temperatura.* De ambiente a 80° C.
- *Humedad relativa.* De 5 % a saturación.
- *Radiación.* Simulación de la radiación solar, en intensidad y distribución espectral, en el rango de longitudes de onda de 300 a 420 nm.
- *Condensación de agua sobre las muestras.*
- *Atomización de agua o nieblas salinas.*
- *Contaminantes primarios.* FH, SO₂, C₃H₆, NO₂, NH₃, con posibilidades de obtener concentraciones de una a varios miles de ppm.
- *Contaminantes secundarios.* Por reacción entre varios de los primarios señalados.

El sistema de generación es de tipo dinámico con los siguientes rangos de caudales:

- Total de aire de 10 a 40 l/min.
- Aire seco de 10 a 35 l/min.
- Aire humidificado de 6 a 20 l/min.
- Aire para adición de FH de 4 a 12 l/min.
- Contaminantes primarios de 0,025 a 100 ml/min.

3. ACONDICIONAMIENTO DEL COMPONENTE MAYORITARIO (Figura 2)

El aire comprimido, que constituirá la matriz o componente mayoritario, es aire ambiente suministrado por un compresor alternativo capaz de proporcionar 200 l/min. La alimentación se efectúa a través de un tanque-pulmón en el que se regulan unas presiones máxima y mínima de 2,5 y 4 kg/cm² manométricos. La presión en cabeza de la instalación se ajusta mediante un manorreductor.

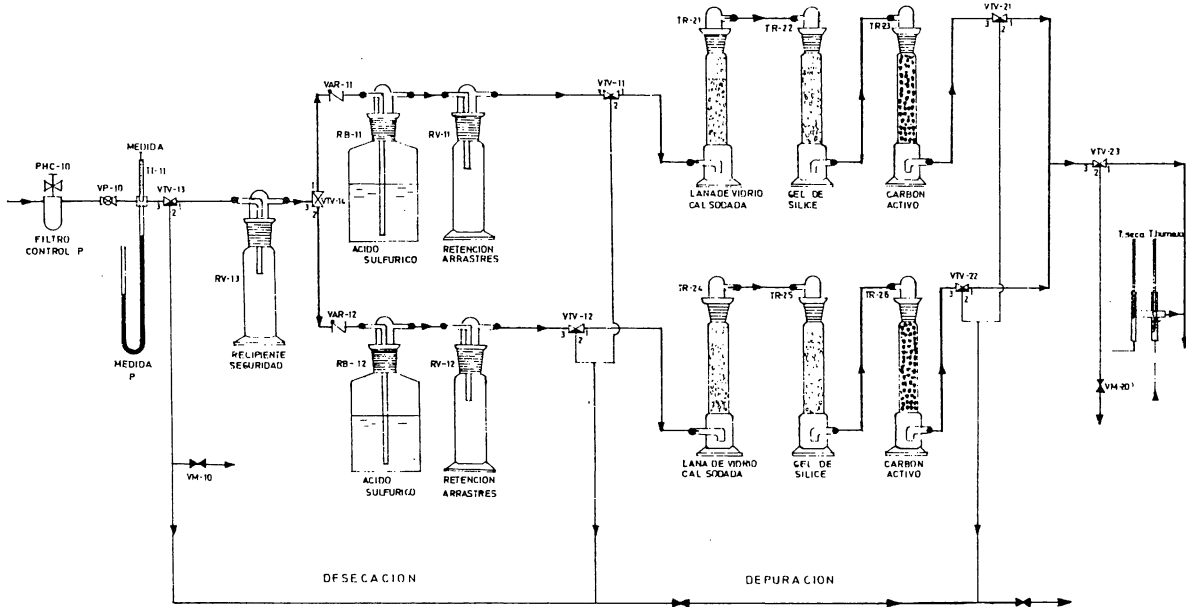


Fig. 2.-Acondicionamiento del componente mayoritario.

3.1. Secado

La compresión que sufre el aire efectúa ya un secado previo del mismo que, en principio, sería suficiente para la mayoría de las experiencias de alteración; sin embargo, se ha dispuesto una sección de secado con ácido sulfúrico por varias razones:

- La humedad del aire a la salida de la compresión es función de la temperatura y, por tanto, las variaciones de ésta a lo largo del día modifican las condiciones a la entrada de la instalación.
- El logro de un contenido menor de agua a la entrada aumenta el campo de aplicaciones de la instalación y permite cambios más rápidos de humedad en la cámara de ensayos.
- El borboteo a través de ácido sulfúrico, además de cumplir una función de secado, actúa logrando una cierta retención de los contaminantes presentes en el aire comprimido, principalmente partículas finas de aceite lubricante del compresor.

La elección del ácido sulfúrico, entre los diversos desecantes, se basa en su eficacia y capacidad. En una instalación que trata, en funcionamiento normal, 36 m³/día de aire, la capacidad del agente desecante es un factor primordial que invalida el uso de desecantes sólidos; los líquidos tienen mucha mayor capacidad y entre ellos es el ácido sulfúrico el de más alta eficacia de secado, aun siendo ésta inferior a la obtenida con algunos sólidos.

La sección de secado consta de dos líneas en paralelo entre las que se reparte el aire a tratar. Unas válvulas antirretorno y unos recipientes de seguridad previenen posibles retrocesos de ácido por un corte brusco en la corriente de aire.

El aire borbotea a través de sendos recipientes de vidrio que contienen el ácido sulfúrico, inicialmente del 96 % (p/p). Conforme va pasando aire el ácido retiene agua y va perdiendo concentración y con ella parte de su eficacia de secado. El desecante se considera agotado cuando su concentración ha descendido hasta el 65 %, aproximadamente, y por ello supone una autonomía de la sección del orden de dos semanas en las condiciones normales de operación. La humedad relativa media alcanzada a la salida de la sección viene a ser del 5 % en aire a 40° C.

3.2. Depuración

Ya se han mencionado anteriormente las propiedades depuradoras del sistema de secado que, sin embargo, es en alguna medida generador de contaminantes, ya que el aire arrastra una cierta cantidad de aerosol de ácido sulfúrico; prácticamente todo este aerosol queda retenido en unos recipientes en los que la corriente gaseosa se expande y cambia de dirección.

Las dos líneas de secado pueden utilizarse conjuntamente, en funcionamiento normal, o independientemente, para proceder a la sustitución del recipiente de ácido sulfúrico agotado o del recipiente de retención de arrastres, que están conectados por empalmes que permiten una rápida sustitución.

La sección de depuración consta también, por las mismas razones, de dos líneas en paralelo. Puede utilizarse esta sección conjuntamente con la de secado o por separado. Cada línea consta de tres torres de relleno en serie. La primera lleva en su parte inferior un lecho de lana de vidrio que soporta los gránulos de cal sodada colocados en la parte superior. La lana de vidrio actúa como medio eficaz para retener las partículas presentes en la corriente gaseosa. La cal sodada, empleada con frecuencia para retener el anhídrido carbónico, tiene como objetivo fundamental lograr una buena retención del aerosol ácido, mediante un componente reactivo sólido y no deliquescente. En esta sección se logra también la retención de otros posibles componentes ácidos de la corriente gaseosa.

La segunda torre contiene gel de sílice con cloruro de cobalto como indicador de humedad y tiene como cometido principal actuar como un medio de alarma visual del estado del ácido sulfúrico. El propio aire secado por la nueva carga es capaz de eliminar el agua absorbida por el gel hasta lograr nuevamente el cambio de color.

En la tercera torre se ha dispuesto un relleno consistente en gránulos de carbón activo para eliminar compuestos orgánicos.

Siguiendo la tendencia que ha guiado el diseño de toda la instalación, se ha intentado huir de soluciones sofisticadas y simplificar en lo posible los componentes necesarios sin perder de vista los objetivos a cubrir. Para llevar a cabo ensayos acelerados en los que se multiplican por mil o más las concentraciones de algunos contaminantes, la depuración de la corriente no necesita ser excesivamente escrupulosa, habiéndose comprobado que las unidades mencionadas resultan suficientemente eficaces.

La humedad relativa alcanzada en la sección de secado suele medirse después de que el aire haya pasado también a través de la sección de depuración con objeto de no contaminar, principalmente con ácido sulfúrico, el agua del termómetro húmedo, ya que este hecho podría afectar a las lecturas. La medida de humedad se efectúa con unos sencillos elementos de diseño propio y 'construidos en el laboratorio. La corriente gaseosa pasa primero a través de un termómetro seco y

después por el húmedo, encerrado en un receptáculo de pequeñas dimensiones que obliga al gas a alcanzar altas velocidades para establecer más rápidamente el equilibrio. El termómetro húmedo es un termómetro de mercurio convencional cuyo bulbo se halla recubierto por una gasa hidrófila sumergida en agua por el otro extremo. El baño de agua está conectado a un recipiente que permite reponer periódicamente el líquido.

4. GENERACION DE LA ATMOSFERA CONTAMINADA (Figuras 3 y 4)

4.1. Unidad de medida de caudales

Con la única excepción del dióxido de nitrógeno, y con el fin de facilitar el control de las condiciones de ensayo, todos los caudales de las corrientes de la instalación quedan reflejados en un único panel.

Los elementos medidores del flujo son orificios, también con la excepción del de dióxido de nitrógeno que se considerará más adelante. La elección de este tipo de medidores se basa en su menor costo, en la posibilidad de fabricarlos en el propio laboratorio y en su gran exactitud, siempre que se usen en el rango adecuado. Por contra, dichos medidores tienen el inconveniente de que cada orificio posee un rango de aplicación limitado, pero esta dificultad puede soslayarse si se considera la posibilidad de funcionar con una gama de medidores que cubran el ámbito de caudales previsto.

Los caudales de aire, procedentes directamente del compresor o de las secciones de secado y depuración, son del orden de l/min . y definen el número de renovaciones por unidad de tiempo en la cámara de ensayos. Los caudales de las distintas corrientes se miden en varios orificios que proporcionan valores correspondientes a unas determinadas condiciones de presión y temperatura;

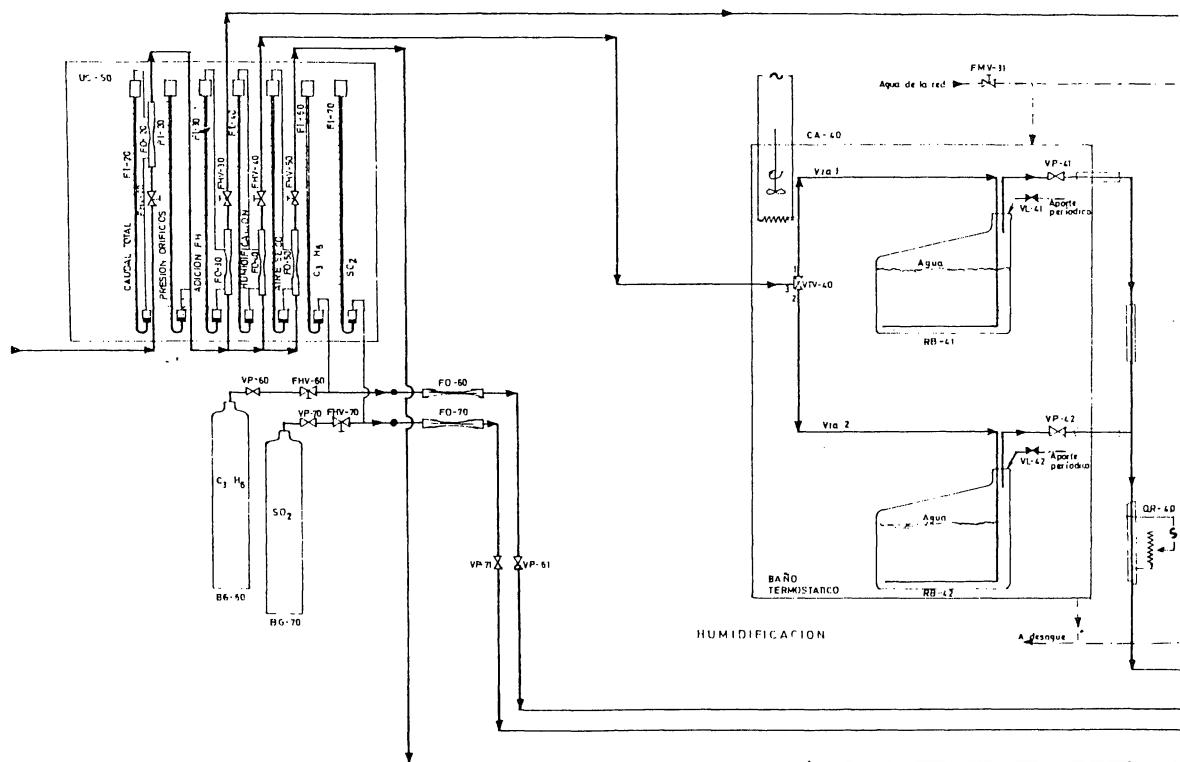


Fig. 3.—Medida y control de caudales, humidificación y adición de SO_2 y C_3H_6 .

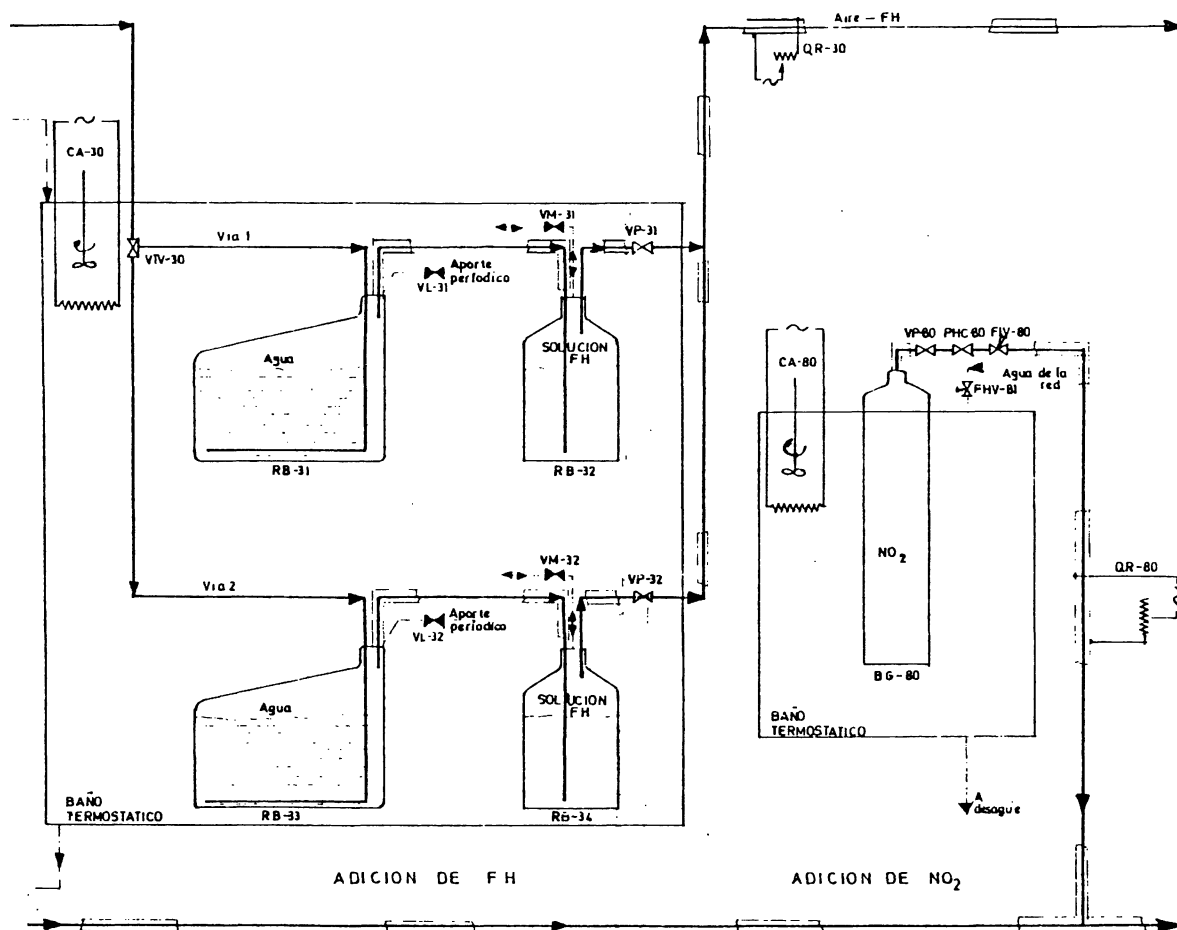


Fig. 4.-Introducción de FH y NO₂.

para otras condiciones dichos valores tendrán que ser corregidos. Supuesto que en la cámara de ensayos se trabaje a temperatura constante, el caudal de gases a través de la misma depende, lógicamente, del caudal total de aire, pero también de la presión y temperatura a la que se mide y de los aportes que se hagan con posterioridad. Normalmente, sólo es necesario considerar los aportes de agua en la humidificación porque aquellos caudales de contaminantes pueden despreciarse. La humedad en el interior de la cámara puede conocerse también, cuando confluyen a la misma distintas corrientes, por un sencillo balance de masas.

Los caudales de contaminantes habrán de ser del orden de ml/min para obtener concentraciones del orden de cientos de ppm. La medida de flujos tan pequeños presenta una serie de dificultades y requiere soluciones específicas. Cuando se describan los sistemas de dosificación de cada contaminante se indicará allí también el sistema de medida que, en el caso más común y sencillo, consiste en capilares calibrados que pueden ser contruidos asimismo en el propio laboratorio. El flujo a través de un capilar depende de las presiones a la entrada y a la salida; esta última será la de la cámara y permanecerá prácticamente constante e igual a la atmosférica, mientras que la de entrada puede fijarse mediante un manorreductor, situado entre una botella de contaminante licuado y el capilar, y medirse de modo más preciso con un manómetro de mercurio. Mientras estas presiones permanezcan invariables se mantendrá el caudal fijado y con una adecuada gama de capilares se pueden lograr concentraciones desde fracciones de ppm. hasta varios miles.

La unidad de medida puede derivarse cuando se desea afectar un barrido rápido de la cámara con caudales de hasta 200 l/min.

4.2. Generación de FH

A la vista de las experiencias de otros autores, la generación de mezclas aire-FH por evaporación parece el sistema más sencillo y fiable. En la instalación propuesta se usa un dispositivo consistente en dos líneas idénticas en paralelo que permiten la reposición de agua y solución de FH sin necesidad de detener el proceso de generación.

El aire procedente de la unidad de medida y regulación de caudales se distribuye a las dos líneas de generación. Cada una de estas líneas consta de dos borboteadores en serie, el primero de ellos con agua para producir una humidificación previa del aire y el segundo con una solución de FH que es donde se produce la incorporación del contaminante a la corriente gaseosa. La misión de la humidificación previa es evitar que el borboteo a través de la solución de FH modifique sensiblemente la composición de ésta ya que, teniendo en cuenta la composición de las soluciones empleadas y las presiones de vapor en ellas del agua y el ácido, la concentración de FH aumentaría rápidamente si se introdujese en el borboteador aire seco, que eliminaría una importante cantidad de agua.

Los cuatros recipientes, de material plástico resistente al ácido fluorhídrico, están sumergidos en su mayor parte en un baño termostático que permite fijar y obtener una temperatura constante, actuando así sobre la humedad y la concentración de FH en la corriente de salida. Una línea conectada a la red de agua suministra ésta al baño termostático para renovación y reposición de evaporados. Un sistema de rebose elimina continuamente el agua aportada en exceso y mantiene un nivel constante.

Además de las conducciones de entrada y salida, cada borboteador dispone de una tercera que permite la reposición de líquido o la extracción de muestras de solución de FH para seguir la evolución de su concentración. A partir de la salida de los borboteadores de humidificación previa y hasta la entrada en el baño de la cámara de ensayos, las líneas van cubiertas por una cinta calefactora, conectada a un transformador variable, que en esta sección cumple la doble misión de evitar condensaciones y de disminuir la adsorción de FH en las paredes de las conducciones. A partir de la salida de los borboteadores de FH no existen elementos de material de vidrio que serían atacados por el contaminante.

Para conocer el ámbito de aplicación de la sección de adición de FH en la instalación de simulación es necesario tomar en cuenta el rendimiento, considerando el conjunto de la instalación, que puede determinarse de forma experimental. Además de este rendimiento, determinan la concentración de FH en la cámara de ensayos la relación de caudales por las distintas líneas, la temperatura y la concentración de la solución de FH y, también, la humedad de la corriente, que influye en el valor del citado rendimiento. Modificando los valores de estas variables se pueden obtener en la cámara concentraciones desde una hasta varios miles de ppm.

4.3. Humidificación

El grado de humidificación deseado se logra mediante la técnica de evaporación que, por su mayor simplicidad, frente a la de inyección, y por suponer un aporte continuo de agua, mejora la estabilidad de la instalación. El problema de la humidificación por evaporación es que implica la evolución hacia un estado de equilibrio y, por tanto, tiene un rendimiento inferior al 100 %, cuyo valor depende, fundamentalmente, de la configuración del sistema y del caudal de aire. Este inconveniente se ha soslayado introduciendo los borboteadores de agua en un baño termostático independiente, de forma que se puede ajustar su temperatura a valores superiores a los de la cámara, para obtener en ésta condiciones de saturación. De esta manera se asegura la consecución de humedades relativas del orden del 100 %, mientras que los valores inferiores se logran con la adecuada relación de caudales de aire seco y aire saturado empleando temperaturas menores en el mencionado baño.

El caudal de aire a través de la sección de humidificación se fija en la unidad de medida y regulación y se distribuye entre las dos líneas en paralelo. En cada una de las líneas existe un borboteador con agua que se puede aislar para reposición sin necesidad de interrumpir el funcionamiento de la instalación. La adición de agua se hace por una conducción instalada a tal efecto en la parte superior de los borboteadores.

La concepción de la sección de humidificación es idéntica a la adición de FH, suprimiendo lógicamente, los borboteadores con solución de este compuesto. Así, los borboteadores con agua destilada van sumergidos en un baño termostático de las mismas características que el descrito en el apartado anterior y las líneas van también calefactadas para evitar condensaciones.

Mediante esta sección de humidificación y el aire seco obtenido a la entrada de la instalación, que puede introducirse directamente en la cámara, se dispone de dos corrientes cuya relación de caudales define la humedad en el recinto de exposición. A efectos de humedad, la corriente procedente de la sección de adición de FH debe sumarse a la procedente de la humidificación. Este diseño permite una amplia versatilidad, pudiéndose alcanzar en el interior de la cámara de ensayos humedades relativas que van desde valores inferiores al 5 % hasta el 100 %.

4.4. Dosificación de contaminantes

Todos aquellos gases que, a la temperatura ambiente, tengan presiones de vapor muy superiores a la atmosférica y no presenten especiales características de corrosividad, reacción química, etc. pueden dosificarse con la técnica propuesta en esta instalación. Tal es el caso de algunos contaminantes utilizados en nuestras experiencias como SO_2 , C_3H_6 y NH_3 .

Aun considerando sólo los sistemas dinámicos de generación de atmósferas, son numerosas las soluciones propuestas en la bibliografía para la dosificación de contaminantes. Entre ellos cabe citar inyección, permeación, evaporación y botellas de gases licuados. Los sistemas de inyección requieren un mecanismo relativamente complicado para conseguir un aporte continuo y constante de contaminante y los de permeación están limitados normalmente a atmósferas de muy bajas concentraciones, menores de 1 ppm, además de necesitar un control muy estricto de temperatura.

Para la dosificación de SO_2 y NH_3 se han utilizado también soluciones tamponadas, en atmósferas con concentraciones de unas pocas ppm o menores y caudales de gas portador no muy elevados. En el caso de la instalación que se describe es problemático mantener el pH de la solución y en consecuencia la estabilidad de las concentraciones generadas.

Las fuentes de contaminantes más utilizadas son, sin duda alguna, las botellas de gases comprimidos, comercializados y con grados de pureza elevados. Las mezclas del contaminante con nitrógeno simplifican, en principio, el sistema de medida al ser necesaria una dilución menor para alcanzar las concentraciones deseadas y, por contra, se consumen con mayor rapidez. Para ensayos dinámicos con concentraciones elevadas y caudales de renovación importantes, lo deseable es acudir a botellas de gases licuados en estado puro, aunque ello requiera la medida de caudales de algunos ml/min e incluso menores. Esta medida puede lograrse con costosas válvulas micrométricas, tapones porosos de asbestos, o capilares que se pueden fabricar y calibrar en el laboratorio. Construyendo una gama adecuada de estos capilares se puede cubrir un amplio rango de caudales, que pueden medirse con una excelente precisión (algunos autores proponen esta técnica como patrón primario en la generación de atmósferas), siempre que la calibración se lleve a cabo correctamente, generalmente con un medidor de burbuja.

En la instalación que nos ocupa, se ha utilizado como fuente de SO_2 una botella de 20 kg de este compuesto licuado, con una pureza superior al 99,9 %. Un reductor nos permite obtener a la entrada del capilar presiones constantes en el rango de 0,1 a 1,5 bar. La botella de C_3H_6

(riqueza > 99 %) contiene 22 kg de propileno licuado a una presión de unos 12 bars a 25° C. El reductor es similar al descrito anteriormente y el rango de presiones a su salida el mismo. Para la dosificación de NH₃ (no incluido en los esquemas por ser análogo el sistema empleado al de los dos gases citados anteriormente) se ha usado una botella de amoníaco (99,96 %) con 10 kg de este compuesto licuado que ejerce una presión de unos 11 bars a 25° C. En este caso el manorreductor tiene un rango de presiones de salida de 0,2 a 4 bars. Las concentraciones que se pueden obtener en estas secciones, con el sistema de dosificación indicado, dependen de la presión fijada en el reductor, del caudal total de aire y del capilar elegido. Con 25 l/min de aire, presiones de 0,2 a 1,2 bar y la gama de capilares que se han construido se pueden obtener concentraciones desde 1 hasta más de 1000 ppm.

4.5. Dosificación de dióxido de nitrógeno

La dosificación de este compuesto presenta serios problemas debido a su bajo punto de ebullición (21° C) y a la dimerización del mismo, efectos que pueden provocar la aparición de una fase líquida, por una parte, y la modificación del volumen específico del gas, por otra, con la introducción de importantes errores en la medida del caudal.

Las consideraciones hechas para la elección de la técnica de dosificación en el uso del anhídrido sulfuroso y otros siguen siendo válidas para este contaminante, y de ello se deduce la conveniencia de utilizar como fuente una botella de este compuesto en estado puro y fase líquida. Para conseguir una medida fiable del caudal es necesario superar los problemas apuntados anteriormente, lo que se puede lograr aumentando la temperatura del sistema para alejarnos suficientemente del punto de ebullición y manteniendo unas condiciones constantes de presión y temperatura con lo que la proporción de dióxido dimerizado permanecerá constante y se podrá corregir el caudal medido con un factor determinado experimentalmente.

La botella utilizada acondiciona 6 kg de dióxido de nitrógeno con una composición en volumen que supera el 99 % de NO₂ y N₂O₄. El recipiente está sumergido en un baño termostático con aporte continuo de agua de la red y control de nivel por rebosadero. Todo el sistema de dosificación está calefactado para mantener una temperatura elevada y constante, como se indicó anteriormente.

En los capilares calibrados, la variación de caudal se logra modificando la presión de entrada de los gases. Este método no es adecuado para la dosificación de NO₂ ya que se pueden producir condensaciones y modificarse la proporción dimerizada con una variación de la presión. Por este motivo, en este caso se ha recurrido a válvulas micrométricas de aguja que permiten el control de caudal con sólo un pequeño gradiente de presión entre la entrada y la salida. Un reductor entre la botella y la válvula permite mantener una presión constante a la entrada de esta última. Según el modelo de válvula utilizado, las concentraciones alcanzadas pueden variar; el límite inferior es de unas 2 ppm. en nuestra instalación.

5. CAMARA DE ENSAYOS (Figura 5)

Incluye el dispositivo de radiación de la atmósfera interior que está constituido por la lámpara y un medio de transmisión de la luz. El radiador elegido es el OSRAM UVISTRA HVI 400. Se trata de una lámpara de vapor de mercurio con yoduros metálicos que permiten obtener un espectro continuo y una óptima potencia energética en la zona espectral comprendida entre los 300 y 400 nm., la de mayor interés para aplicaciones en ensayos acelerados.

En la figura 6 se compara la potencia de radiación de la lámpara HVI 400 con la radiación solar para distintos ángulos en el cénit del sol. Se observa la excelente reproducción del espectro solar

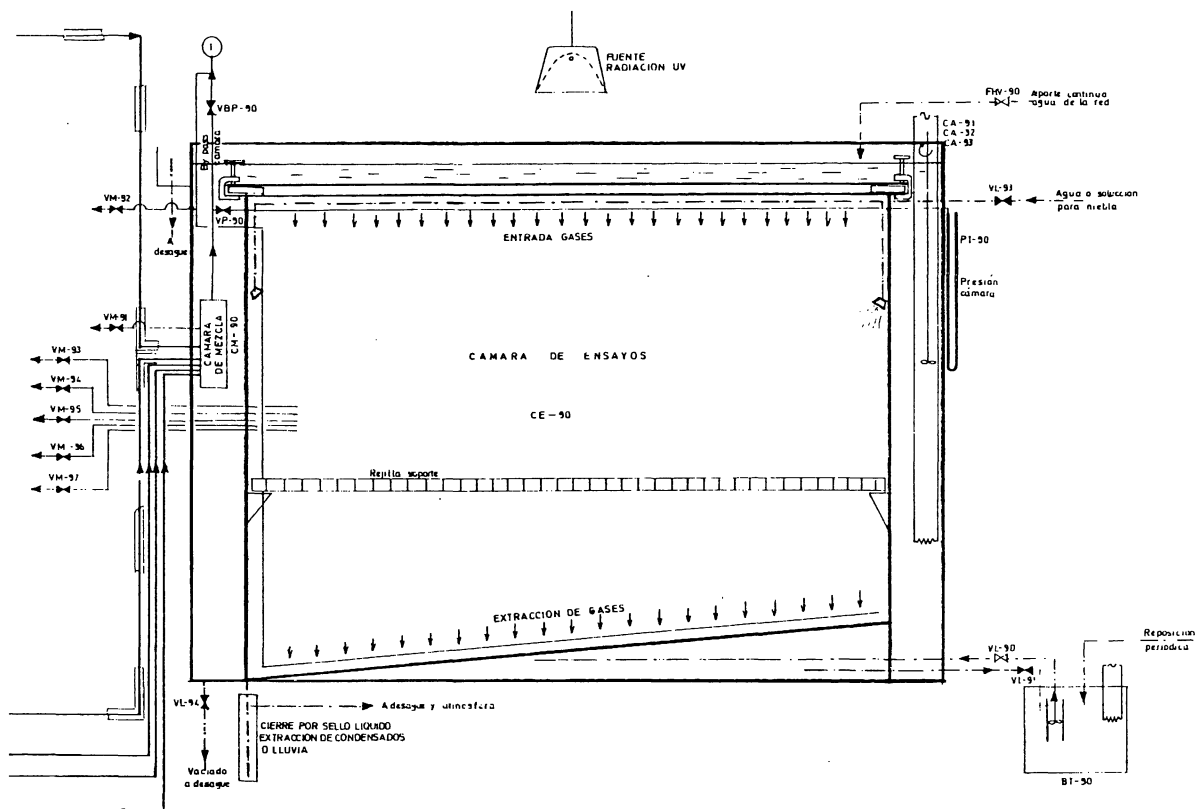


Fig. 5.-Cámara de ensayos.

obtenida por la lámpara, coincidiendo prácticamente, además, su potencia con la de la radiación natural para un ángulo cenital de 60° (79,8 y 74,0 w/m² respectivamente). El radiador elegido es similar, en la zona de interés, de 300 a 420 nm., a la lámpara de xenon, ampliamente reconocida como la mejor fuente para reproducir el espectro solar. Presenta la gran ventaja sobre ésta de emitir sólo una pequeña proporción en las regiones visible y ultravioleta, gracias a lo cual se logran con sólo 400 w los mismos efectos que con una fuente de xenon requerirían unos 5.000 w.

Dadas las características corrosivas de las atmósferas simuladas en general, es necesario colocar la fuente luminosa fuera del recinto de exposición. El FH impide el empleo de cualquier tipo de vidrio como elemento transmisor de la radiación. Estas consideraciones, junto con razones de índole económica, han decidido la elección para dicha función de películas de Teflon FEP que presentan una buena resistencia al ataque químico, unida a una excelente transmisión de la radiación ultravioleta en todo el rango de longitudes de onda de interés, como queda reflejado en la figura 7. La película utilizada es del tipo 220A (DuPont) y tiene un espesor de 50 μ lo que supone una transmitancia prácticamente constante desde 275 a 420 nm., del orden del 95 por ciento.

La cámara de ensayos propiamente dicha consta de un baño termostático principal, otro de fondos y el recinto de exposición, además de los accesorios necesarios como instrumentos de medida, conducciones, atomizadores, cámara de mezcla, etc.

A la hora de considerar los materiales de construcción quedan desechados los metales y el vidrio ante la previsión de introducir en la cámara ácido fluorhídrico. Sin embargo, puede recurrirse a ellos para dotar a la cámara de mayor resistencia mecánica, siempre que no estén en contacto directo con la atmósfera del recinto. Entre los materiales poliméricos se han considerado, por reunir las características necesarias, el politetrafluoretileno y derivados, polimetacrilato de metilo

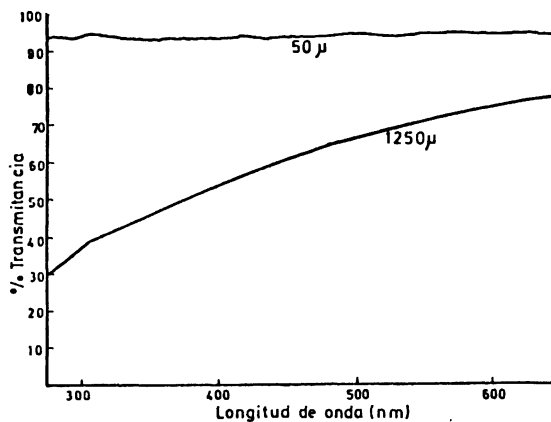


Fig. 6.—Distribución espectral de la radiación de la lámpara HVI 400 en comparación con la radiación solar en la zona ultravioleta.

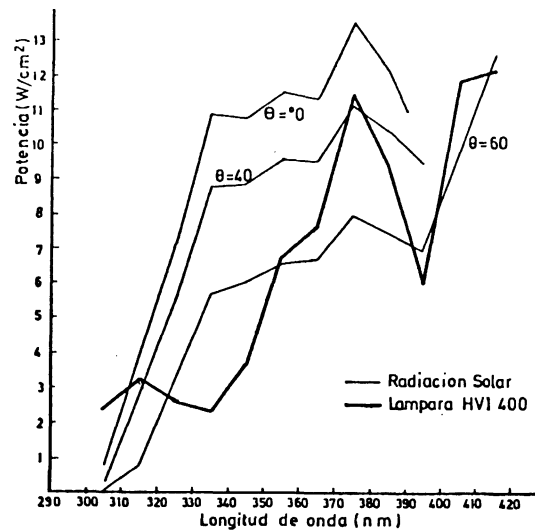


Fig. 7.—Transmitancia espectral de película de resina Teflón (FEP) en la zona ultravioleta y visible (de 275 a 650 nm.).

y diversos poliésteres, habiéndose optado, en definitiva, por un determinado tipo de los últimos en base a distintas razones. En primer lugar no hay que perder de vista que la cámara construida debe concebirse como un prototipo y, por tanto, es deseable la posibilidad de efectuar modificaciones de una forma sencilla en el propio laboratorio. Por este motivo se ha rechazado el Teflon que es, sin embargo, el compuesto más inerte y aconsejable para futuras realizaciones.

Anteriormente, en el Departamento (15) se han llevado a cabo una serie de experiencias en atmósferas con FH en una cámara construida con metacrilato de metilo, que han permitido extraer las siguientes consecuencias:

- La adsorción de FH por dicho material es importante ya que se lograron rendimientos de sólo el 10 %.
- Las uniones entre diversos elementos de la cámara son propensas a fallos y constituyen un punto débil.
- El material envejece con relativa rapidez, con aparición de grietas. Este fenómeno se acentúa en presencia de radiación UV.

Por el contrario, la resina de poliéster CRONOLITE 2009 (Plastiform, S. A.) une a una buena resistencia al ataque de agentes corrosivos y mecánica, su fácil manipulación para efectuar cambios en la configuración de la cámara. La resina se refuerza con fibra de vidrio, teniendo especial cuidado de que la misma no esté en contacto con la atmósfera simulada. El espesor de las paredes es de unos 6 mm.

La forma cilíndrica adoptada confiere mayor resistencia mecánica y menor relación área/volumen, a igualdad de volumen, que otras formas prismáticas, y aunque en la esfera esta relación es aún menor, su construcción es más problemática. En cuanto al tamaño se ha optado por un volumen de exposición de 1 m³ aproximadamente, superior al usado comúnmente en los ensayos acelerados, para aumentar la versatilidad de la instalación en relación con el tipo de muestras, por una parte, y para disminuir los efectos de las paredes por otra.

El baño termostático principal rodea totalmente las paredes laterales y superior del recinto de

exposición y tiene una capacidad de unos 450 litros. Esta elevada capacidad del baño principal dota a la cámara de gran inercia entre cambios de temperatura ambientales, si bien a costa de un tiempo de respuesta mayor. El baño permite regular y mantener uniforme la temperatura en el interior del recinto de exposición. Se añade agua de la red continuamente para reponer el nivel por un sistema de rebosadero que elimina el líquido sobrante. Una conducción instalada en el fondo permite el vaciado.

El recinto de exposición tiene una capacidad de 980 litros y forma cilíndrica, con el fondo inclinado para facilitar la eliminación de condensados y agua de nebulización. Como se ha indicado anteriormente, dicho recinto está completamente aislado del ambiente, por medio del baño termostático principal y el de fondos, para evitar gradientes de temperatura en su interior. La corriente gaseosa se introduce por la parte superior y se extrae por el fondo. Las muestras van colocadas sobre una rejilla soporte. Otros dispositivos del recinto son: toma para medida de la presión interior, conducción de agua o soluciones para nebulizar sobre las muestras mediante cuatro atomizadores, cinco sondas desplazables para toma de muestras en otros tantos puntos del interior y cierre por sello líquido en la conducción de desagüe de condensados que actúa, además, como elemento de seguridad ante una excesiva subida de presión.

El cierre y apertura del recinto de exposición se efectúa mediante una tapa circular que constituye, en funcionamiento normal, el techo del mismo. Entre esta tapa y una plataforma dispuesta en la parte superior de las paredes verticales se colocan una película de Teflon FEP y una junta de caucho, efectuándose una presión sobre el conjunto para obtener un cierre adecuado. La película de Teflon aísla a toda la tapa de la atmósfera interior y, sobre todo, a la junta de caucho que podría verse especialmente afectada.

Las distintas corrientes de gases entran por sendas conducciones en la cámara a través de la pared exterior del baño termostático principal y se llevan hasta una cámara de mezcla, sumergida en dicho baño, donde se homogeneizan. De esta cámara salen dos conducciones, una para la toma de muestras y otra para su conexión con el recinto de exposición en donde se hace la distribución de gases por un sistema de tuberías perforadas.

La extracción de gases se efectúa también por tuberías perforadas dispuestas en el fondo del recinto. La conducción atraviesa el baño termostático y antes de abandonarlo pasa por un dispositivo que permite extraer los condensados, que se producen cuando la corriente de salida se pone en contacto con el ambiente y se enfría. Por último, la línea de gases se envía directamente a la atmósfera, pues ni los caudales ni las concentraciones con las que se trabaja justifican una depuración que complicaría la instalación y aumentaría las pérdidas de carga en la misma.

Para inducir la formación de una fase líquida sobre las muestras expuestas, se ha elegido la técnica de pulverización directa de dicho líquido, ya que la provocación de condensaciones por enfriamiento de las muestras tiene una eficacia muy variable en función de la conductividad térmica de las mismas y complica enormemente la rejilla soporte con el sistema necesario para hacer circular por ella el fluido refrigerante. Existe otra posibilidad de generar condensaciones que se considera más adelante, al describir el baño termostático de fondos. La técnica de pulverización permite, además, generar niebla salina con el mismo dispositivo. El agua o solución salina se introduce en el baño termostático principal, con una conducción suficientemente larga para alcanzar equilibrio térmico con el mismo, y después se distribuye a cuatro atomizadores, situados en el interior del recinto, en los extremos de dos diámetros perpendiculares. La inyección del líquido, con la presión necesaria, puede efectuarse por la propia presión del agua de la red, mediante una bomba adecuada o recurriendo al propio aire comprimido que entra en la instalación.

Las muestras se colocan en una rejilla, del mismo material de la cámara, que ocupa sólo una pequeña fracción de la sección transversal del recinto, de manera que no provoca distorsiones significativas del flujo, al mismo tiempo que deja al descubierto prácticamente toda la cara apoyada de las probetas.

En función del volumen del recinto y del caudal normal del aire (25 l/min), las renovaciones del mismo en el interior son 1,5 aproximadamente; el tiempo de resistencia es, pues, de 40 minutos. En estas condiciones, suponiendo una mezcla instantánea de la corriente de entrada, cuando se proyecta una variación de condiciones se alcanza el 90 % del cambio deseado en 96 minutos y el 99 % en 147 minutos.

El baño termostático de fondos tiene una capacidad de 60 litros y es totalmente independiente del baño termostático principal. La agitación del agua, para homogeneización de la temperatura, se produce gracias a la recirculación de la misma por un baño termostático externo que incluye el mecanismo de regulación de temperatura y una resistencia de calentamiento. El hecho de que los baños termostáticos de fondos y principal sean independientes permite obtener en fondos una temperatura superior a la del resto del recinto de exposición. Esta posibilidad es aprovechada para secar más rápidamente el fondo después de una atomización de agua o para provocar condensaciones en la parte superior del recinto.

6. INSTALACION DE MUESTREO (Figura 8)

La instalación de muestreo puede subdividirse a su vez en cuatro partes:

1. Sondas de muestreo.
2. Elementos para la retención de contaminantes.
3. Sistema de medida y control de caudales de muestreo.
4. Sistema de aspiración.

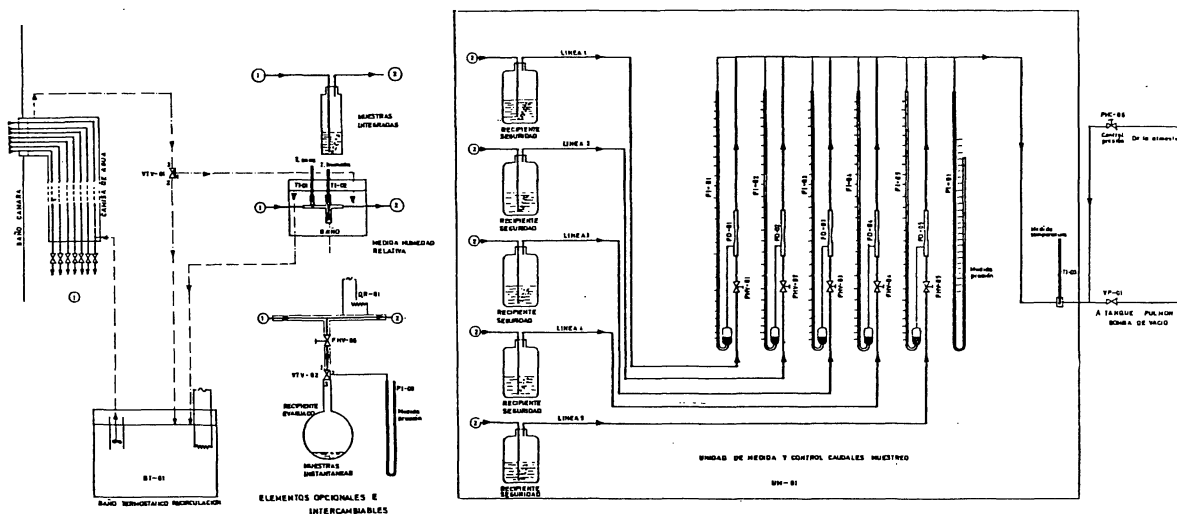


Fig. 8.-Instalación de muestreo.

Las sondas de muestreo son, en ocasiones, simples ramificaciones de determinadas líneas de la instalación. En general, las sondas consisten en sendas conducciones independientes, que se pueden situar en los puntos elegidos del recinto de ensayos. Se ha considerado la posibilidad de muestrear simultáneamente hasta en cinco puntos del interior del recinto; éste relativamente elevado

número sólo está justificado para un estudio topográfico de concentraciones, ya que en funcionamiento normal uno o dos puntos son suficientes.

Las corrientes muestreadas en puntos de la instalación posteriores a la cámara de muestras suelen tener una humedad superior a la de saturación a temperatura ambiente. Para evitar condensaciones, las sondas de muestreo de esos puntos se introducen en una camisa de agua cuya temperatura se regula en un baño termostático de recirculación.

La *unidad de medida y regulación de caudales* de la instalación de muestreo consta de cinco líneas en paralelo que permiten el muestreo simultáneo en otros tantos puntos de la instalación de generación y cámara de ensayos. Cada línea consta de:

- a) Un recipiente de seguridad, con agua o la solución absorbente adecuada para retener contaminantes no absorbidos anteriormente y que podrían dañar los elementos posteriores.
- b) Una válvula de regulación de caudal.
- c) Un medidor de orificio adecuado al rango de caudales de muestreo establecidos, que van de 0,5 a 1,2 l/min.
- d) Una columna de líquido que indica el caudal que se está aspirando en cada instante.

La unidad se completa con un termómetro y un manómetro de mercurio, que determinan las condiciones de presión y temperatura en las que se miden los caudales, y con una válvula de regulación, instalada en una línea que aspira aire de la atmósfera, que permite fijar a voluntad el valor de la presión en los orificios.

Entre cada una de las líneas citadas y el punto de muestreo elegido se intercalan los elementos apropiados para el análisis que se vaya a efectuar y que pueden ser, en las aplicaciones que hemos desarrollado, de tres tipos:

1. Obtención de muestras integradas. Con vistas a la obtención de las concentraciones de contaminantes, se intercala un borboteador conteniendo la solución absorbente adecuada para el contaminante y se hace circular un caudal constante durante el tiempo necesario para obtener una concentración medible. Es el elemento utilizado en la medida de FH, SO₂, SO₄H₂, NO₃H, NH₃, etc.
2. Medida de la humedad relativa, mediante un conjunto, constituido por un termómetro seco y otro húmedo, sumergido en un baño termostático por el que se hace circular el mismo agua de la camisa de las sondas, de modo que no se modifica la temperatura de la corriente extraída.
3. Análisis del dióxido de nitrógeno, mediante un método que supone la obtención de una muestra instantánea en un frasco evacuado. Entre la unidad de medida y el punto de muestreo se coloca una línea equipada con una cinta calefactora conectada a un transformador variable para regulación de temperatura, en evitación de condensaciones. De esta línea sale una ramificación, también calefactada, a la que se conecta el recipiente evacuado.

Una bomba de paletas que hace el vacío en un tanque-pulmón, cuya misión consiste en eliminar oscilaciones del caudal de aspiración, va conectada a la unidad de medida y regulación de caudales y constituye el *elemento de aspiración*.

BIBLIOGRAFIA

- (1) VALE, J.; MARTIN, A.: Ensayos de materiales en atmosferas simuladas. I. Criterios para el diseño de sistemas de simulación.

- (2) HILL, A. C.: Facilities and techniques for maintaining a controlled fluoride environment in vegetation studies. J. Air Poll. Contr. Assoc., 9 (1959), 22-27.
- (3) DOST, F. N.: Exposures of biological systems to inorganic fluoride oxidizing agents. I. Handling and exposure techniques. U. S. Govt. Res. Dev. Rep., 41 (1966), 21 pp.
- (4) VANCE, J. L.; PETERS, L. K.: Aerosol formation resulting from the reaction of ammonia and sulfur dioxide. Ind. Eng. Chem. Fundam., 15 (1976), 202-206.
- (5) JEFFRIES, H. et al.: Photochemical reactions in a dual outdoor smog chamber. Prepr. Pap. Natl. Meet., Div. Eng. Chem. Soc., 14 (1974), 295-297.
- (6) DOYLE, G. J.: Design of a facility (smog chamber) for studying photochemical reactions under simulated atmospheric conditions. Env. Sci. Technol., 4 (1970), 907-916.
- (7) AKIMOTO, H. et al.; Design and characterization of the evacuable and bakable photochemical smog chamber. Env. Sci. Technol., 13 (1979), 471-475.
- (8) WINER, A. M. et al.: Effects of ultraviolet spectral distribution on the photochemistry of simulated polluted atmospheres. Atm. Env., 13 (1979), 989-998.
- (9) CARTER, W. P. et al.: Smog chamber studies of temperature effects in photochemical smog. Env. Sci. Technol., 13 (1979), 1.094-1.100.
- (10) DOGE, M. C.; HECHT, T. A.: Ozone decay in irradiated smog chambers. Env. Lett., 10 (1975), 257-263.
- (11) AKIMOTO, H. et al.: Photochemical ozone formation in propylene-nitrogen oxide-dry air system. Env. Sci. Technol., 13 (1979), 53-58.
- (12) WILSON, W. E. et al.: Interactions of sulfur dioxide in New York City air. Am. Petr. Inst. Publ. 4.105, 1972, 18 pp.
- (13) WILSON, W. E.; LEVY, A.: A study of SO₂ in photochemical smog. I. Effect of SO₂ and H₂O vapor concentration in the 1-butene/NO_x/SO₂ system. J. Air Poll. Contr. Assoc., 20 (1970), 385-390.
- (14) SABROUX, J. C. et al.: Contribution to the study of sulphur dioxide transformation in power plant plumes: Tests in laboratory and on flue gases at an oil-fired power plant. Atm. Env., 15 (1981), 1.605-1.613.
- (15) CORTES, V.: Efecto de los fluoruros procedentes de la contaminación atmosférica sobre los materiales pétreos empleados en la construcción de obras arquitectónicas monumentales. Tesis Doctoral. E. S. Ing. Industriales, Univ. Sevilla, 1978.

* * *

publicaciones del i.e.t.c.c.



Manuel Fernández Cánovas
Dr. Ingeniero de Construcción

Este libro, el primero en lengua castellana sobre **resinas epoxi** aplicadas a la construcción, está dirigido a arquitectos, ingenieros, constructores y aplicadores. En él, sobre una reducida base teórica imprescindible, se asienta toda una extensa gama de aplicaciones de gran interés.

El autor trabaja desde hace muchos años en el campo de la investigación, especialmente en el estudio de refuerzos y reparaciones estructurales realizados con **resinas epoxi**.

Con un lenguaje sencillo se tocan todos los problemas que pueden presentarse en la construcción y en los que la solución puede radicar en el correcto empleo de las **resinas epoxi**.

Se estudian los componentes de las formulaciones **epoxi**, sus propiedades físicas y químicas, y aplicaciones, deteniéndose, detalladamente, en las siguientes:

Unión de hormigón fresco a hormigón endurecido. — Unión de hormigones entre sí. — Inyecciones de fisuras y grietas. — Unión de acero a hormigón. — Barnices y pinturas. — Las combinaciones brea-epoxi. — Revestimientos de depósitos alimenticios. — Sellado de superficies cerámicas. — Protección de tubos. — Los suelos epoxi en sus diferentes variantes. — Terrazo epoxi. — Reparación de baches. — Reparación de desperfectos en estructuras. — Reparación de carreteras de hormigón. — Juntas elásticas. — Guardacantos de tableros de puentes. — Refuerzos de pilares, vigas, forjados y zapatas, etc. — Consolidación de suelos. — Anclajes. — Protección de aceros en pretensado.

Se termina con unos capítulos dedicados a la limpieza y preparación de las superficies según los materiales a unir; al control del estado superficial de éstos; a las condiciones de temperatura de aplicación; limpieza de los útiles de trabajo; precauciones en el manejo de los sistemas; almacenaje, mezcla y manejo de las formulaciones epoxi y métodos de ensayo de sistemas y aplicaciones epoxidicas.

Un volumen encuadernado en cartóné plastificado con lomo de tela, de 17 x 24 cm, compuesto de 334 páginas y 158 figuras y fotografías.

Madrid, 1981.

Precios: España, 1.700 ptas.; extranjero, \$ USA 34,00.