



**BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA**

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**Modificación del diseño preliminar de un permeador para  
membranas planas y su algoritmo de funcionamiento para la  
medición de permeabilidades.**

**TESIS PROFESIONAL**

**PARA OBTENER EL TITULO DE  
LICENCIATURA EN INGENIERIA QUÍMICA**

**PRESENTA**

**JOSÉ YÉRED MOLINA ALDUCIN**

**DIRECTOR DE TESIS**

**DR. JOSÉ ALBERTO GALICIA AGUILAR**

**CO-DIRECTOR DE TESIS**

**MES. MARIBEL LÓPEZ BADILLO**

**PUEBLA, PUE.**

**MAYO, 2015.**



**BUAP**

Oficio No. FIQ/AC/1245/2014  
Asunto: Registro de Tema de Tesis

**C. JOSÉ YÉRED MOLINA ALDUCIN**  
**PASANTE**  
**LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA**  
**PRESENTE:**

Por medio del presente me permito informarle, de la aprobación del Registro de Tema de Tesis de la Licenciatura en Ingeniería Química cuyo título es el siguiente:

“MODIFICACIÓN DEL DISEÑO PRELIMINAR DE UN PERMEADOR PARA MEMBRANAS PLANAS Y SU ALGORITMO DE FUNCIONAMIENTO PARA LA MEDICIÓN DE PERMEABILIDADES”

Con el siguiente contenido:

**INTRODUCCIÓN**

<b>CAPÍTULO 1</b>	<b>ANTECEDENTES</b>
<b>CAPÍTULO 2</b>	<b>METODOLOGÍA</b>
<b>CAPÍTULO 3</b>	<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>

**CONCLUSIONES**  
**BIBLIOGRAFÍA**

Director de Tesis: Dr. José Alberto Galicia Aguilar  
Co- Directora de Tesis: MES. Maribel López Badillo

Lo cual me permito comunicarle para su conocimiento y fines consiguientes aclarando que la vigencia de este tema será **ÚNICAMENTE POR UN AÑO.**

**Atentamente**  
**“Pensar Bien, Para Vivir Mejor”**  
**H. Puebla de Z., 2 de diciembre del 2014**

**M.I.C. MA. GPE. TITA VÁZQUEZ E. DE LOS MONTEROS**  
**SECRETARIA ACADÉMICA**



C.c.p. Director de Tesis: Dr. José Alberto Galicia Aguilar  
Co- Directora de Tesis: MES. Maribel López Badillo  
Archivo.

---

---

## *Dedicatorias*

A Dios, por darme una familia como la que tengo y poner en mi camino gente que me apoya en todo momento así como permitirme llegar a este momento tan especial en mi vida. Por los triunfos y momentos difíciles que me han enseñado a valorar la vida cada día más.

A mis padres Sr. José Máximo Molina Ramírez y Sra. María Apolonia Amparo Alducin Rodríguez por ser las personas quienes toda mi vida me han apoyado incondicionalmente, han velado por mí durante este arduo camino para convertirme en la persona que ahora soy, por confiar y creer en mí y que con sus consejos han sabido guiarme para culminar mi carrera profesional.

A mi hermana Wendy Amparo Molina Alducin por sus consejos, cariño y apoyo que me ha brindado siempre.

A todos mis seres queridos que siempre han estado para apoyarme con sinceridad sin pedir nada a cambio y aún siguen a mi lado impulsando mi vida.

Al Dr. José Alberto Galicia Aguilar y a todo su equipo de trabajo por su tiempo y apoyo dedicado, así como sus conocimientos transmitidos en el desarrollo de mi formación profesional.

---

---

## *Agradecimientos*

A la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, donde me formé profesionalmente en la Facultad de Ingeniería Química.

Al Dr. José Alberto Galicia Aguilar por sus conocimientos, sus orientaciones, su manera de trabajar, su persistencia, su paciencia y su motivación han sido fundamentales para mi formación como profesional.

A la maestra Juana Deisy Santamaría Juárez por todo el apoyo brindado y encaminarme a formar parte de este grupo de trabajo.

A la maestra Maribel López Badillo por sus útiles consejos y orientación profesional enfocados al desarrollo de mi tesis.

A los sinodales revisores de este trabajo de tesis, M.C. Juana Deisy Santamaría Juárez y M. C. Jorge Ortega Pérez.

A la VIEP-2014 por el apoyo de beca número 00372 otorgado a través del proyecto “Evaluación de la permeabilidad de membranas”

---

---

## **RESUMEN**

En este trabajo realizamos la ingeniería para la modificación de un permeador de gases, que opera con membranas poliméricas planas. La reingeniería del permeador surgió como una necesidad ante los defectos de un prototipo inicial, que no garantizaba la generación de resultados de permeación. A partir de la evaluación del estado de operación del permeador anterior, se detectaron los puntos de falla. Dado que los materiales usados no garantizaban que se pudiera mantener el vacío en la línea, se decidió construir un nuevo permeador, basados en los diagramas de flujo y de tubería e instrumentación existentes.

El equipo para la construcción de un nuevo permeador se seleccionó en base a los datos de especificaciones de los materiales proporcionados por los fabricantes del mismo. Así, el sistema actual, consta de uniones con sello metálico, sensores de presión para alto vacío, un sistema de vacío que permite lograr presiones de vacío en la línea de 0.3 Torr, un sistema de control de la temperatura con  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$  de precisión.

El sistema se sometió a prueba de fugas. Los datos experimentales generados fueron corroborados con los reportes de la literatura. La validación de los datos permitió determinar la permeabilidad de una serie de membranas experimentales. Los datos de permeabilidad fueron determinados por triplicado. Estas pruebas permitieron validar la correcta operación del permeador.

---

---

## ÍNDICE

<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	<b>i</b>
<b>PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA</b> .....	<b>ii</b>
<b>JUSTIFICACIÓN</b> .....	<b>iii</b>
<b>OBJETIVO GENERAL</b> .....	<b>iv</b>
<b>OBJETIVOS ESPECIFICOS</b> .....	<b>iv</b>
<b>CAPÍTULO I MARCO TEÓRICO</b> .....	<b>1</b>
<b>1.1 Fundamento teórico</b> .....	<b>1</b>
1.1.2 Sistemas de separación a base de membranas .....	1
1.1.3 Membranas poliméricas.....	3
1.1.4 Sistema de permeación .....	4
1.2 Antecedentes.....	7
1.3 Materiales para la construcción de una línea de alto vacío .....	15
<b>CAPITULO II REDISEÑO, ARMADO E IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE PERMEACIÓN</b> .....	<b>17</b>
2.1 Descripción del proceso de permeación .....	17
2.2 Análisis y diagnóstico del permeador isocórico SPI-1 .....	17
2.2 Propuestas de mejora .....	19
2.3 Rediseño del sistema de permeación .....	20
2.3.1 Diagramas de proceso del sistema de permeación SPI-2 .....	20
La Figura 8 muestra el diagrama de bloques del sistema de separación, donde la alimentación de gases proviene de reservorios a una presión conocida.....	20
2.4 Materiales .....	25

---

---

2.4.1 Lista de materiales .....	25
2.4.2 Hojas de datos.....	26
2.5 Requerimientos de servicios auxiliares .....	49
2.6 Manejo de sustancias e información de seguridad .....	49
2.6.1 Manejo de sustancias.....	49
2.6.2 Información de seguridad de H <sub>2</sub> , N <sub>2</sub> , CO <sub>2</sub> y CH <sub>4</sub> . .....	49
2.5 Armado del sistema de permeación.....	53
2.5 Procedimientos técnicos y operativos para el sistema de permeación .....	56
2.5.1 Modo de operación del controlador de presión PR4000B.....	56
2.5.2 Funcionamiento de la bomba de vacío estación turbo molecular Hi cube .....	57
2.5.3 Metodología para enmascarar una membrana plana .....	58
2.5.4 Metodología para el montaje de la membrana en el módulo de permeación .....	59
2.6 Procedimiento operacional del sistema de permeación.....	59
2.7 Pruebas de fugas .....	61
2.9 Consideraciones finales para la operación del sistema de permeación .....	64
<b>CAPÍTULO III MEDICIÓN DE PERMEABILIDADES .....</b>	<b>67</b>
3.1 Metodología de cálculo de la permeabilidad mediante el método de tiempo de retardo.....	70
<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>75</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>76</b>

---

---

## INTRODUCCIÓN

Los procesos de separación en ingeniería química son de gran importancia, ya que los reactivos y productos, requieren de purificación previa a una reacción, o separación como resultado de una transformación.

En la industria química, una parte importante de recursos tanto materiales como humanos se destina a los procesos de separación. En la separación de gases, los procesos más usados son el lavado con aminas, la destilación criogénica. Estos procesos denominados tradicionales, se encuentran bien establecidos en la industria desde hace muchos años. No obstante, generan un alto impacto ambiental debido a los requerimientos energéticos y la generación de subproductos difíciles de tratar. Una opción relativamente nueva, es la tecnología de separación de gases con membranas. Esta tecnología, desarrollada en los años 70's, ha incidido poco en los procesos industriales, debido a las limitantes operacionales. Sin embargo, se ha reconocido su potencial en la separación de gases dado el bajo impacto ambiental de la misma. Para el desarrollo e implementación de ésta tecnología en procesos de gran escala, es necesario determinar el efecto de las variables operacionales, y los sistemas que permitan concebir la implementación de la tecnología. El diseño y la operación de sistemas de permeación para gases permitirán evaluar las condiciones de operación de membranas experimentales, al mismo tiempo que idear las formas de adaptación de la tecnología a los procesos existentes. La construcción de sistemas de permeación es pertinente para ofertar la evaluación de membranas que se diseñan actualmente en los laboratorios de investigación.

---

---

## **PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

La separación de gases de alto valor energético mediante la tecnología de membranas es un tema de gran interés científico y tecnológico. Lo anterior debido a los bajos costos de operación aunados a la alta calidad del producto, así como la facilidad de adaptar estos sistemas a los sistemas tradicionales de purificación de gases. Para el desarrollo de esta tecnología, es necesario vencer las limitantes de velocidad de flujo a través de la membrana así como de tiempo de vida útil de la membrana. Diversos estudios se han realizado para sintetizar estructuras a base de nuevos materiales poliméricos que permitan incrementar la permeabilidad a través de las membranas. En todos estos esfuerzos, es necesario realizar la caracterización fisicoquímica de los materiales usados en la formación de las membranas. No obstante, la caracterización fundamental, es la evaluación del rendimiento de la membrana en un sistema de separación.

En la Facultad de Ingeniería Química de la BUAP se cuenta con un permeador isocórico diseñado exprofeso para la permeación de membranas planas. No obstante, dicho permeador no permite generar los datos de presión en función del tiempo, por las limitantes en cuanto a la sensibilidad de medición de la presión y por la existencia de fugas de vacío al aplicar una presión de vacío. Para solucionar el problema, se propone realizar una modificación al diseño del sistema de permeación que consiste en la adaptación de sensores de presión para alto vacío. Asimismo, es necesario cambiar los tramos de tubería que presentan averías por el tiempo y por el tipo de materiales usados en la construcción de dicho sistema de permeación. Finalmente, se propone modificar el diseño en cuanto a la ubicación de las válvulas de control de flujo tanto a la entrada de los gases como a la salida, con objeto de generar los datos de presión a temperatura constante, lo que permitirá validar las mediciones generadas.

---

## **JUSTIFICACIÓN**

La evaluación de la permeabilidad de membranas es un tema importante dado que esta prueba permite validar las modificaciones realizadas a la estructura de una membrana. No obstante, para generar dichos datos se requiere que el sistema de permeación se pueda operar a condiciones de pérdida de vacío. De igual manera, es necesario garantizar la operación del sistema a condiciones de temperatura constante, con objeto de introducir el mínimo de errores en la generación de datos.

---

---

## **OBJETIVO GENERAL**

Modificar el diseño del permeador isocórico construido en la Facultad de Ingeniería Química de la BUAP para optimizar la medición de las variables del proceso de permeación.

## **OBJETIVOS ESPECIFICOS**

Analizar y diagnosticar el permeador isocórico construido en la Facultad de Ingeniería Química de la BUAP, para el entendimiento de las fallas y las necesidades del proceso de permeación.

Rediseñar el permeador isocórico para la optimización en la medición de las diferentes variables involucradas en el proceso permeación.

Armar e implementar el permeador isocórico

Desarrollar los procedimientos técnicos y operativos para el permeador isocórico

Validar el correcto funcionamiento del permeador mediante la cuantificación de permeabilidades a gases para membranas densas en forma de películas

---

# **CAPÍTULO I**

# **MARCO TEÓRICO**

## CAPÍTULO I MARCO TEÓRICO

### 1.1 Fundamento teórico

Actualmente existen diversos tipos de procesos de separación utilizados en la industria para el tratamiento de efluentes gaseosos como por ejemplo la absorción de gases, el lavado de gases con aminas, la destilación criogénica, la adsorción con materiales adsorbentes, entre otras.

En los últimos años se han buscado otras alternativas de separación de gases que sean rentables económicamente, con tasas de retorno cortas; y con bajos impactos ambientales durante su operación. El proceso de separación de gases a base de membranas es una opción viable ante dichos requerimientos. Los sectores de la industria más favorecidos son principalmente el petroquímico, farmacéutico y alimentario.

Para determinar si una membrana es adecuada o eficiente para la separación de una corriente de gases, es necesario llevar a cabo estudios a escala laboratorio para evaluar el desempeño de la misma en diferentes condiciones de operación. Las variables que determinan el buen funcionamiento de una membrana son la permeabilidad y la selectividad.

#### 1.1.2 Sistemas de separación a base de membranas

Los sistemas de separación a base de membranas son utilizados para fases fluidas con diferentes características y aplicaciones. A continuación se describen algunas de las más usadas en las industrias químicas [1, 2]:

**Ósmosis inversa:** Fue el primer proceso de membrana para su uso a gran escala a nivel comercial. Este proceso es utilizado para el tratamiento de aguas municipales, en la industria y sobre todo para la desalinización del agua de mar. Una nueva aplicación de ósmosis inversa en la industria química es la separación de mezclas de compuestos orgánicos. No obstante, la ósmosis inversa se conoce por su aplicación en la obtención de agua dulce a partir del agua de mar. Ocurre un proceso de transporte transmembrana de agua líquida a alta presión, donde la membrana es no porosa. La mayor parte de las sales y

de las moléculas sin carga son retenidas por la membrana, así el permeado es agua pura y el retenido se vuelve más concentrado.

En un sistema de osmosis inversa, se requiere, en el caso normal, un tratamiento previo para eliminar todas las partículas que puedan obstruir la superficie de la membrana. Si hay iones o solutos en solución de baja solubilidad, es necesario implementar una unidad de filtración, previo al tratamiento por ósmosis. Si es probable que ocurra la precipitación de iones o solutos, éstos deben eliminarse o solubilizarse para evitar que precipiten.

**Ultrafiltración:** Es otro método de separación con membrana utilizado para purificar líquidos. Se aplica para recuperar proteínas en procesos de las industrias alimenticia y farmacéutica. El equipo para los sistemas de ultrafiltración se parece al usado en la ósmosis inversa, pero trabaja a presiones menores.

Las membranas para ultrafiltración son porosas y separan los solutos por diferencias de tamaño cinético. Las moléculas grandes se separan a la entrada de los poros de la película delgada de la membrana, por lo que quedan en el retenido. Las moléculas pequeñas caben en los poros y atraviesan la membrana formando la corriente de permeado. Como hay una distribución de tamaños de poro en la membrana, las moléculas de tamaños cinéticos equivalentes a los poros de la membrana pasan a través de ésta.

Dado el mecanismo de separación, las membranas de ultrafiltración tienen flujos mayores que los usados en osmosis inversa. Así, ocurre un fenómeno llamado polarización de concentración, que es el incremento de la concentración de soluto en la superficie de entrada del fluido a la membrana. La polarización de concentración puede causar ensuciamiento de la membrana, que no solo disminuye el flujo, sino también puede reducir con rapidez la duración de la membrana.

**Separación de gases:** La separación de gases a base de membranas se utiliza primordialmente cuando se tratan corrientes gaseosas de bajo peso molecular. En particular, para la separación de hidrógeno a partir de gas amoniacado, para la separación de gas nitrógeno del aire. Otras aplicaciones de purificación de gases basados en membranas son la separación de dióxido de carbono del gas natural, la separación de nitrógeno del aire, y la deshidratación de aire.

**Pervaporación:** Es una técnica de separación con membrana que se está difundiendo rápidamente porque es frecuente que se obtengan selectividades muy altas con flujos razonables. La palabra “pervaporación” es una contracción de permeación y evaporación. En la pervaporación, una mezcla de líquidos a alta presión se alimenta a la membrana. Uno de los componentes de la mezcla permea la membrana en forma preferencial. Este componente es el de más bajo punto de ebullición, o más alta presión de vapor. Pasa al otro lado de la membrana en forma de vapor y posteriormente es condensado en el permeado. El retenido, que no atraviesa la membrana, es un líquido con alto punto de ebullición. El producto deseado puede ser el permeado o el retenido

### 1.1.3 Membranas poliméricas

Una membrana es una barrera semipermeable que permite que ciertas moléculas o iones pasen a través de ella, reteniendo a otras. [3] El mecanismo de transporte a través de la membrana es por difusión y se lleva a cabo al aplicar una fuerza impulsora. La capacidad de separación y permeación depende de la fuerza impulsora que puede ser un gradiente de presión, de concentración o de temperatura, principalmente.

Las membranas se pueden clasificar de diversas maneras, de acuerdo con su naturaleza en poliméricas, inorgánicas y mixtas o híbridas. Las membranas poliméricas forman estructuras amorfas a través de las cuales, las moléculas del fluido penetrante se pueden difundir. Las membranas inorgánicas, como las cerámicas, las zeolitas y las mallas metálicas, son los materiales más comunes usados en separación de gases. Presentan gran resistencia química y térmica, pero son más costosas, difíciles de producir a escala industrial y presentan una baja selectividad hacia los productos de interés. Las membranas mixtas o híbridas son una alternativa relativamente reciente, presentada como una combinación de las dos anteriores. Consisten en la dispersión de partículas inorgánicas en una matriz polimérica, con objeto de obtener una sinergia de las propiedades de ambos componentes en el material final de la membrana [3].

Previo a su uso en un sistema de permeación, las membranas son sometidas a diferentes tipos de caracterizaciones espectroscópicas y fisicoquímicas, con objeto de determinar los parámetros más importantes en la formación de éstas. Sin importar la naturaleza de las

membranas, la identificación de sus características como estabilidad térmica, tamaño de poro, rugosidad de superficie, estructura química, principalmente; permiten establecer las condiciones de operación de una membrana. Dichas características establecen los límites de temperatura de operación en el caso de la estabilidad térmica, o el tamaño molecular de los penetrantes a tratar en el caso de la porosidad, o la estabilidad química de la membrana ante los penetrantes en el caso de la estructura y composición química. Por ello, muchas investigaciones se dedican a realizar la caracterización de los materiales usados en la formación de membranas.

#### 1.1.4 Sistema de permeación

No obstante, la caracterización más importante de un material que se diseña para la preparación de una membrana es la evaluación de su permeabilidad ante los penetrantes de interés. En efecto, las membranas formadas a partir de diferentes materiales deben ser evaluadas con objeto de relacionar las propiedades determinadas mediante las diversas caracterizaciones con su desempeño en la separación de un fluido de interés. La permeabilidad se define como la facilidad de paso de una molécula a través de la membrana.

Los sistemas donde se determina la permeabilidad de un fluido en una membrana se denominan permeadores. El módulo de permeación es la parte donde se coloca la membrana para llevar a cabo el proceso de permeación. En particular, los sistemas de permeación de gases operan ya sea a volumen constante y presión de permeado variable, es decir, que el sistema es isocórico, o mediante presión constante y volumen de permeado variable, sistema isobárico.

En el sistema isocórico se determina la permeabilidad de una membrana mediante el monitoreo del incremento de presión en la zona baja de la membrana, usando un transductor de presión. [4] El sistema se somete a vacío antes de comenzar las mediciones a fin de desgasificar la superficie de la membrana y la zona de baja presión. De igual manera, se determina la velocidad de pérdida de vacío en el sistema en condiciones de vacío estático. El aumento de la presión en estas condiciones debe ser por lo menos diez veces

menor al incremento de presión estimado para la permeación en el estado estacionario para obtener datos con menor error experimental en la medición de la permeabilidad.

Para iniciar el experimento, se introduce el gas en la zona de alta presión de la membrana y se registra el incremento de la presión de salida en función del tiempo. La permeabilidad del gas se mide en unidades de permeación de gas, (GPU gas permeation unit =  $1 \times 10^{-6}$  cm<sup>3</sup> (STP)/cm<sup>2</sup> seg cmHg) ó en barreras (1 barrera =  $1 \times 10^{-10}$  cm<sup>3</sup> (STP) cm/cm<sup>2</sup> seg cmHg),  $P_A$ , se calcula mediante la Ecuación 1:

$$P_A = \frac{V_d I}{p_2 A R T} \left[ \left( \frac{dp_1}{dt} \right)_{ss} - \left( \frac{dp_1}{dt} \right)_{leak} \right] \quad \text{Ecuación 1}$$

Donde  $V_d$  es el volumen de la cámara de recepción del gas (cm<sup>3</sup>),  $I$  es el espesor de la membrana (cm),  $p_2$  es la presión absoluta a la entrada (cm Hg),  $A$  es el área de la membrana disponible para la transferencia de gas (cm<sup>2</sup>),  $R$  es la constante de los gases (0.278 cm Hg cm<sup>3</sup>/cm<sup>3</sup> (STP) K),  $T$  es la temperatura absoluta (K),  $\left( \frac{dp_1}{dt} \right)_{ss}$  y  $\left( \frac{dp_1}{dt} \right)_{leak}$  son las velocidades de incremento de presión (cm Hg/s) en el volumen de la salida y de pérdida de bajo vacío, respectivamente.

La presión de salida debe mantenerse mucho más baja que la de entrada para mantener una diferencia de presión constante a través de la membrana. Si no se alcanza el estado estacionario antes que la presión de salida se incremente significativamente, entonces se evacúa el sistema y se empieza de nuevo el proceso de medición.

En el sistema de permeación isobárico o también llamado de flujo continuo, se utiliza cuando el espesor de la membrana no es conocido y se calcula la permeancia, es decir, el flux normalizado al gradiente de presión a través de la membrana. [4] El gas de alimentación se introduce en la celda a presión y sale del lado del residuo, mientras que el lado del permeado se barre con un gas inerte de arrastre. Se mide el flux de gas permeado en estado estacionario usando un medidor de flujo electrónico o, de forma más simple, con uno de burbuja. Cuando se cronometra el movimiento en un capilar graduado, la

permeabilidad en el estado estacionario ( $\text{cm}^3$  (STP)  $\text{cm}/\text{cm}^2 \text{ s cm Hg}$ ) se expresa mediante la Ecuación 2:

$$P_A = \frac{l}{p_1 - p_2} \frac{273_{atm}}{TA76} \frac{dV}{dt} \quad \text{Ecuación 2}$$

El método más simple para medir el coeficiente de permeabilidad  $P$  en las membranas es el método de tiempo de retardo (time-lag  $\theta$ ). [5] La importancia de este método radica en la simplicidad.

Este método se calcula una vez alcanzado el estado estacionario, el valor de la pendiente de la recta es constante, dicho valor, se emplea para calcular la permeabilidad. Los valores para la permeabilidad en condiciones estándar de presión y temperatura se calculan mediante:

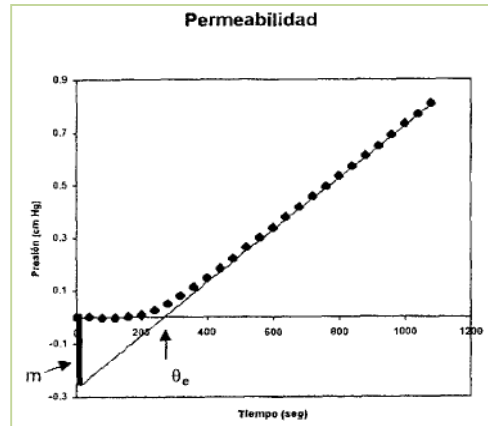
$$P = k \left( \frac{BL}{Tp_1} \right) \quad \text{Ecuación 3}$$

Donde la constante  $k$  es el cociente entre el volumen de la zona de baja presión y el área de permeado,  $B$  es la pendiente de la recta ( $dp/dt$ ),  $L$  es el espesor de la membrana,  $T$  es la temperatura de trabajo y  $p_1$  la presión en la zona alta.

El tiempo de retardo ( $\theta$ ) se calcula a partir de:

$$\theta = \frac{-m}{B} [\text{seg}] \quad \text{Ecuación 4}$$

Siendo  $m$  la ordenada al origen, de la recta tangente a la curva de permeación como se muestra en la **Figura 1**



**Figura 1 Tiempo de retardo [5]**

### *Coefficiente de solubilidad*

La solubilidad se define como la relación entre la concentración de gas en el polímero, a la presión  $P$  [3]. Lo anterior se expresa mediante la siguiente expresión:

$$S_A = \frac{C}{P} \quad \text{Ecuación 5}$$

### *Selectividad*

Para caracterizar la capacidad de una membrana a separar dos gases se calcula la selectividad,  $\alpha_{A/B}$ , la cual es la relación entre la permeabilidad del gas más rápido ( $A$ ) entre el gas más lento ( $B$ ), [3] y se expresa con la Ecuación 6.

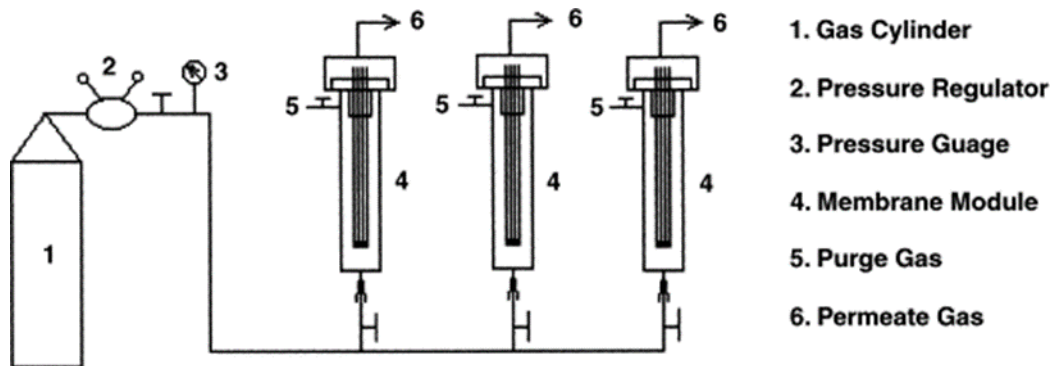
$$\alpha_{A/B} = \frac{P_A}{P_B} \quad \text{Ecuación 6}$$

## **1.2 Antecedentes**

En la literatura se reporta la descripción de algunos sistemas de permeación basados en geometrías para membranas planas y para fibras huecas. No obstante, es importante resaltar

que difícilmente se describe a detalle la construcción y el armado de una línea de medición de la permeabilidad.

Cao y colaboradores [6] describen el sistema de separación usado para la permeación con membranas de fibra hueca, formadas a partir de diez piezas de fibras con cerca de 10 cm de longitud. Fabricaron tres módulos para cada condición y reportan el promedio de los dos mejores datos obtenidos. Los módulos fueron probados con gas puro y con mezclas de gases. En la Figura 2 se presenta el diagrama del aparato de prueba de permeación de gas puro. El sistema de separación consta de una fuente de alimentación del gas, el cual es cuantificado por un equipo de medición de la presión. El gas es alimentado a los módulos de membrana, en este caso compuestos por fibras huecas para recuperar la corriente de retenido en la línea 5 y la corriente de permeado en la línea 6.



**Figura 2. Diagrama del aparato de medición de permeación de gas [6].**

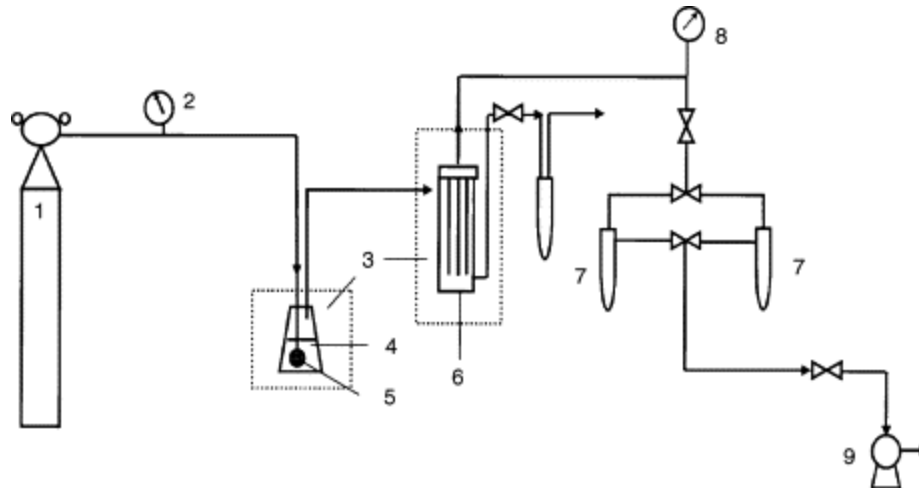
Liu y colaboradores [7] reportan la permeabilidad de membranas usando un módulo de fibra hueca. El módulo consiste en un haz de siete fibras huecas dentro de un tubo de cobre. Uno de los extremos del haz de fibras se selló con una resina epoxi, y el otro extremo fue encapsulado para formar la salida del gas del sistema de tubos, la cual se cortó cuidadosamente para dejar las salidas de la fibra completamente abiertas. El montaje experimental para la separación de gases se muestra en la Figura 3, y consta esencialmente de las mismas partes que las descritas para el sistema de permeación de la Figura 2. No obstante, el sistema de permeación de la Figura 3 se usa para la permeación de vapores, por

lo que se incluyen las trampas de vacío, para condensar los vapores que pasan a través de la membrana.

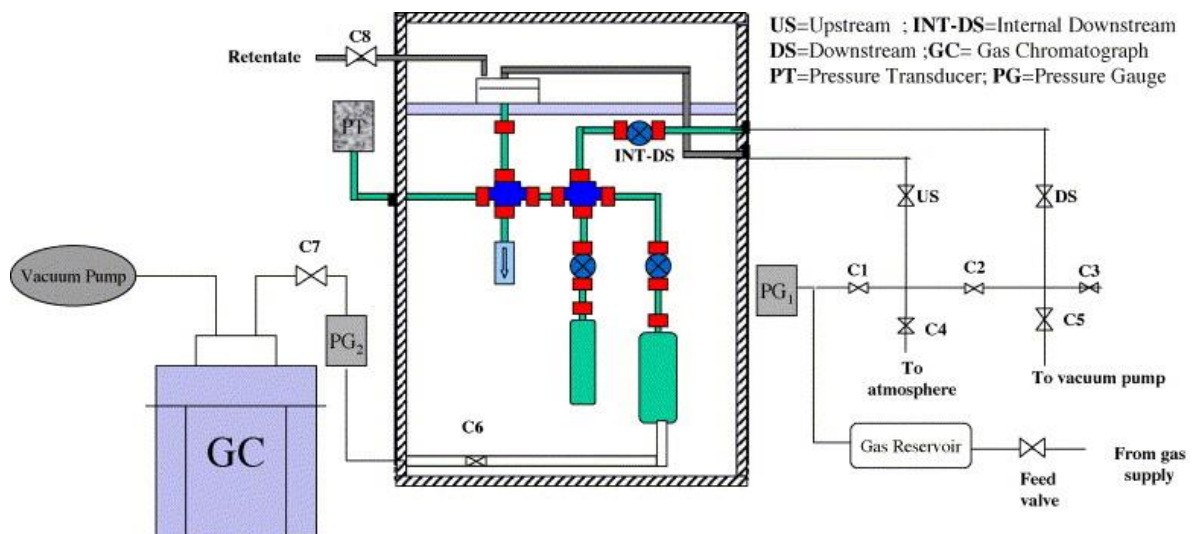
Para la operación del sistema de permeación, prepararon una mezcla de vapor orgánico y nitrógeno, burbujeando nitrógeno a través de un difusor poroso de acero inoxidable sinterizado, sumergido en un líquido orgánico, el cual se colocó en un baño térmico. La mezcla de gas se alimentó en el lado de la carcasa del módulo de membrana de fibra hueca a presión atmosférica. La temperatura del módulo de membrana se controló mediante un baño de agua a 0,5 °C. La temperatura del módulo se mantuvo al menos 2 °C más alta que la temperatura del depósito de líquido orgánico para evitar la condensación de los vapores en el módulo de membrana. El lado del permeado de la membrana se conectó a dos trampas frías. Con una bomba de vacío se mantuvo la presión del permeado por debajo de 1 kPa (10 mbar), que se controló mediante un manómetro de vacío Pirani (MKS Instruments). El vapor orgánico impregnado fue condensado y recogido inicialmente en una de las trampas frías, y se conectó a la siguiente trampa cuando se alcanzó el estado estacionario de permeación.

Este esquema de separación se aplica para el caso de mezclas de vapor, por lo que la evaluación de la permeabilidad de las membranas puede realizarse en función de las variables controlables durante el experimento.

Shao y colaboradores [8] miden la permeación en sistemas de gases binarios usando un equipo como el que se muestra en el diagrama de la Figura 4. La celda de permeación de gas puro se modificó para la alimentación de un flujo continuo. Lo anterior se realizó mediante la conexión a una válvula de aguja para controlar la presión en la corriente de entrada. Asimismo, se adaptó al sistema una vía para la corriente de retenido, que sirve para evitar la acumulación del gas de alimentación en la entrada a la membrana. La salida de la celda de permeación fue conectada a un cromatógrafo de gases (CG) mediante la válvula (C6).



**Figura 3. Esquema del experimento de la separación de los VOC [7]. (1) Cilindro de nitrógeno, (2) manómetro, (3) baños térmicos, (4) depósito de líquido, (5) burbujeo de gas, (6) módulo de membrana, (7) trampa fría, (8) medidor de vacío y (9) bomba de vacío.**



**Figura 4. Diagrama esquemático del aparato de permeación de mezcla de gases [8].**

Moore y colaboradores [9] hacen vacío al sistema y lo mantienen a presión constante en la entrada a la membrana. Posteriormente, dejan que la presión del depósito de permeado aumente durante el experimento pero cuidan de no sobrepasar los 1300 Pa (10 Torr). La

presión de salida en conjunto generalmente excede 2 bar y permite el supuesto de una caída de presión constante a través de la membrana.

Para un sistema de permeación, recomiendan una celda como la mostrada en la Figura 5. La celda consta de dos juntas de Viton® (DuPont), una externa y una interna. La junta interna es más pequeña que la externa y se utiliza en la parte de vacío de la celda para minimizar el contacto con el metal del área de sellado, en donde se cree que ocurre la mayor fuente de fugas en la celda. Las ranuras de las juntas son ligeramente más anchas que las juntas para permitir la expansión y contracción de las juntas cuando operan más allá de la temperatura ambiente. La profundidad de estas ranuras es importante porque proveen suficiente compresión (mayor que el 25% de diámetro) para lograr un buen sellado. Se recomienda un material compatible con el fluido en el sistema y este es el Viton® (DuPont) ya que es un material inerte a muchos fluidos, y por lo tanto permite usar el módulo para muchas aplicaciones.

Para lograr un buen sellado en la celda de permeación, es necesario pulir el metal en contacto directo con la junta. También se puede utilizar una capa muy fina de grasa de alto vacío en las juntas para un mejor sellado.

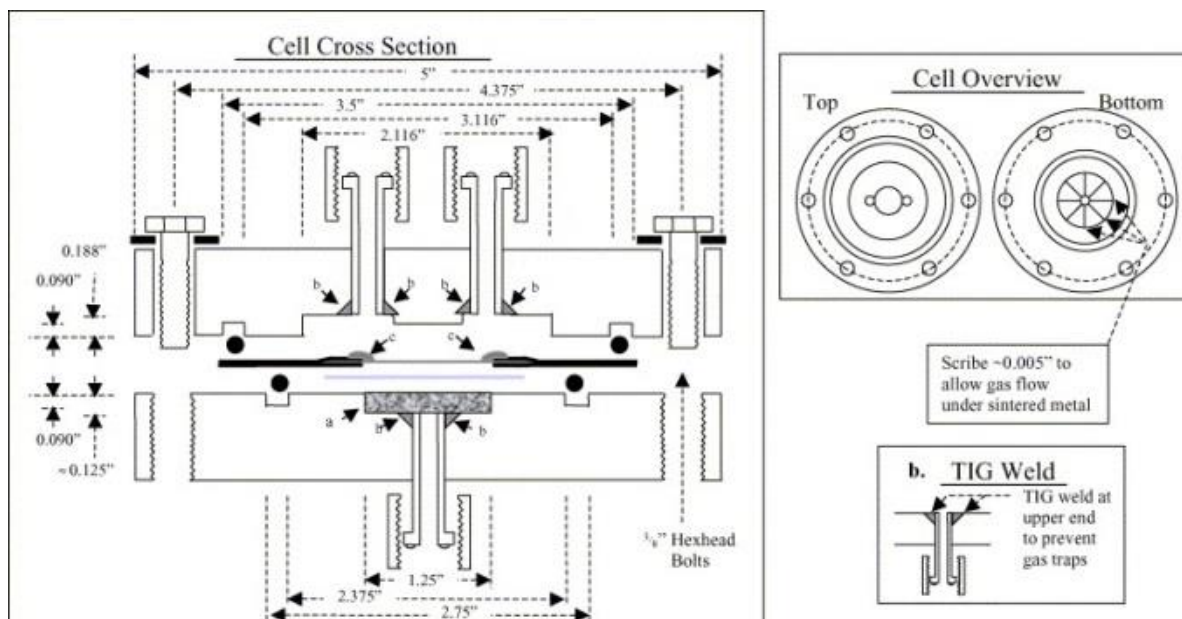


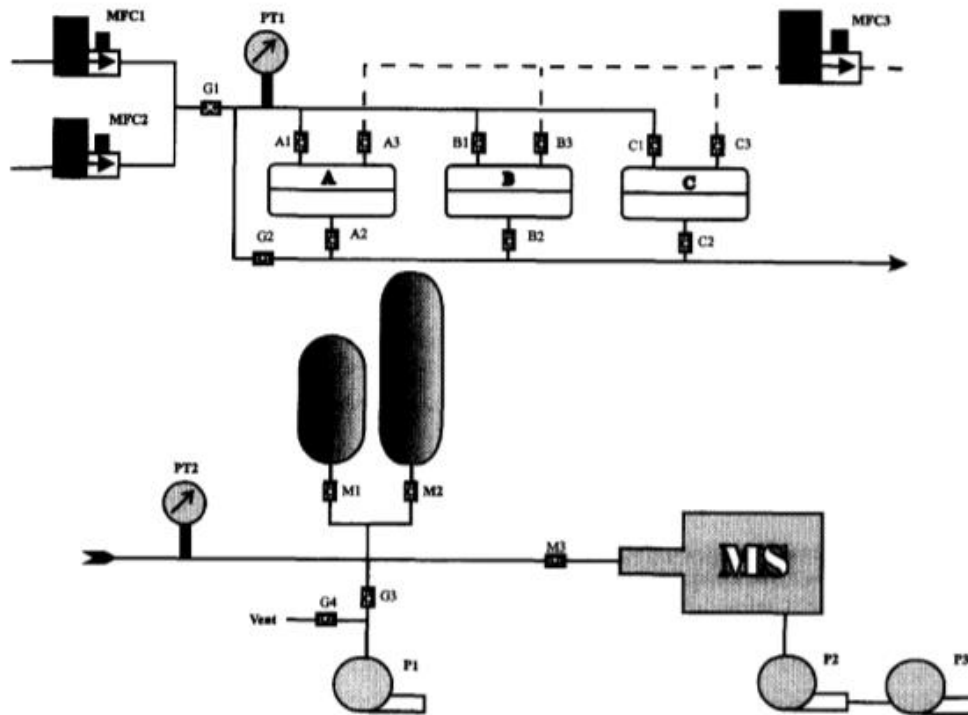
Figura 5. Esquema de la celda de permeación [9].

Mohammadi y colaboradores [10] diseñaron y construyeron un sistema de permeación de gas isocórico totalmente automatizado para la medición de bajas tasas de permeación y composiciones de permeado. Reportan que la ventaja de su diseño sobre sistemas similares, es la baja tasa de fugas de vacío, y denominan a su sistema libre de fugas. Este sistema reportan que permite la medición de tasas de permeación de  $1 \times 10^{-8} \text{ cm}^3/\text{s}$  e inferiores, con una alta precisión.

En el diseño de la celda de permeación de autosellado describen que cada celda de separación consistía en una pared gruesa de acero inoxidable y un cilindro corto dividido en una parte superior e inferior y las líneas de purga y alimentación entran por la parte superior de la cámara y la salida de permeado es a través de la zona baja. La membrana se montó en la parte superior de una hoja de metal poroso y se intercaló entre dos superficies de espejo pulidas finamente de las partes superior e inferior y no se utilizaron o-rings en este diseño porque el sellado fue hecho por la membrana.

Para el diseño del sistema de permeación utilizaron dos transductores de presión de 122 A de MKS Canadá con sus rangos de presión de  $2\text{-}20000 \pm 0.15\%$  torr y  $0.001\text{-}10 \pm 0.15\%$  torr respectivamente. La alimentación y la purga del flujo de alimentación se controlaron mediante tres controladores 1261C MKS Canadá y el flujo de cada controlador variaba de 0 a  $10 \pm 0.1\%$   $\text{cm}^3/\text{min}$ . Las celdas estaban aisladas de la alimentación y de las líneas de permeado por válvulas neumáticas, también utilizadas para separar al sistema de los controladores de flujo, la línea de la zona alta y baja, la bomba de vacío y de venteo del sistema y de la línea de purga mediante válvulas de retención. Utilizaron una bomba de vacío Arthur 4 para generar la presión de vacío de la zona baja  $< 0.13 \text{ Pa}$  ( $< 10^{-3}$  Torr) y la bomba inicia automáticamente cuando la presión de la zona baja excede un límite alto de  $1333 \text{ Pa}$  (10 torr).

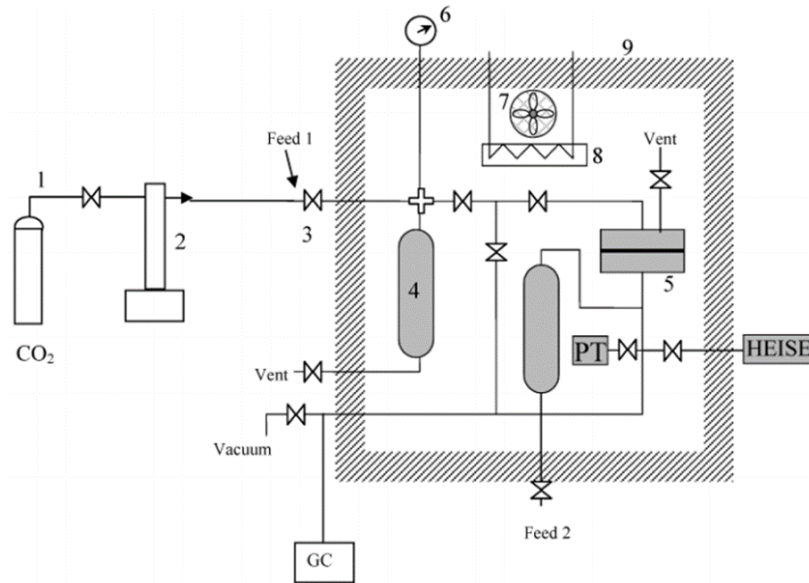
Para su construcción usaron conexiones tipo VCR y para las tuberías usaron tubo de acero inoxidable de  $\frac{1}{4}$  de pulgada. El esquema reportado en este trabajo se muestra en la Figura 6.



**Figura 6. Diagrama del sistema de separación de volumen constante para la medición de la permeabilidad [10].**

En el diagrama de la Figura 6, se muestra que el gas se introduce en la celda de permeación a través de uno o ambos controladores de flujo másico y el permeado es depositado en la tubería de la zona baja y cilindros de recepción de permeado, que tienen un volumen conocido.

Damle y colaboradores [11], describen el desarrollo de un sistema de permeación de volumen constante y presión variable (isocórico) para membranas planas, que pueden evaluarse hasta presiones de 276 bar. De igual manera, describe una técnica de enmascaramiento de membrana que se adapta bien para su uso con este sistema en aplicaciones de alta presión. Comentan que en el sistema de permeación mostrado en la Figura 7 mantiene una presión constante en la zona alta de la celda de permeación una vez que la línea es sometida a vacío, mientras que el aumento de la presión en el depósito de permeado se registra durante el periodo de la prueba.



**Figura 7 Diagrama del sistema de permeación [11].**

Sánchez y colaboradores [12], describen un sistema de permeación para la separación de una mezcla de gases. Mantienen conectados tres módulos de separación en serie, con una sola entrada de alimentación, una salida de retenido y una línea de recolección de permeado. La salida de retenido de cada módulo está conectada a la salida de permeado del siguiente módulo de separación, entonces los componentes más permeables son recolectados en el permeado y los componentes menos permeables son recolectados en el retenido. El módulo de separación es cargado con un flujo de la mezcla de gases a una presión  $P_1$  para la alimentación, entonces se produce una diferencia de presión entre los lados de la membrana. En la salida de retenido se obtiene gas no permeado a una presión  $P_1$  y el permeado con una presión  $P_2$  que es menor que  $P_1$ . Es usado para separar  $O_2$  y  $N_2$  del aire, la extracción de  $H_2$  y  $N_2$  en la producción de  $NH_3$ .

Bikson [13] y colaboradores describen un sistema de permeación en el que utilizan un cartucho de membrana permeable de fibras huecas enrolladas helicoidalmente. El módulo está encerrado en un alojamiento y provee a cada lámina de tubos de una junta tórica hermética. El gas de alimentación entra por el lado de las láminas de las fibras huecas en las aberturas de las láminas de tubos. El gas del lado de la alimentación fluye a través de la

longitud de cada fibra hueca a medida que el gas permeado pasa y sale del módulo. El gas retenido sale por el extremo opuesto a la entrada del gas de alimentación.

El gas de alimentación se introduce a una presión superior a la atmosférica y se retira el permeado a presión reducida, alternativamente el permeado puede retirarse bajo condiciones de vacío. El procedimiento de esta invención espera todavía proporcionar rendimiento de separación de gases superior a los diseños convencionales.

### **1.3 Materiales para la construcción de una línea de alto vacío**

Para membranas de baja permeabilidad o muestras frágiles mecánicamente, que no se pueden formar en películas delgadas, el aumento de presión debido a la fuga de los gases atmosféricos en el sistema, puede llegar a ser una fracción apreciable de la elevación de la presión total. Se debe tener cuidado para eliminar posibles puntos de fuga durante el diseño y construcción del sistema de permeación.

Los accesorios para tubos VCR SWAGELOK®, sellan mediante una junta de recubierto de plata o níquel y se utilizan para minimizar las fugas en una línea de vacío. SWAGELOK® presenta válvulas de fuelle sellado, con tasas de fuga nominales de  $4 \times 10^{-9}$  cm<sup>3</sup> (STP)/s, que son apropiadas para sistemas de vacío. Un depósito de permeado con conexiones para tubos o válvulas soldadas podría dar un rendimiento aún mejor ante las fugas, aunque la soldadura directa tiene dos inconvenientes:

- 1) Las soldaduras puede conducir potencialmente a trampas de gas en el sistema que puede desgasificar lentamente con el tiempo, dando lugar a una fuga aparente.
- 2) Las soldaduras hacen que sea difícil de modificar o sustituir las piezas desgastadas del sistema.

Los sistemas antes mostrados son la base para determinar la permeabilidad de membranas. Cada permeador es específico para la geometría de la membrana, y el equipamiento del sistema de permeación se realiza en función de la propiedad que se desea determinar, o en función de las características de la corriente penetrante a tratar. No obstante, para la construcción de un sistema de permeación, es necesario desarrollar un diagrama detallado con el tipo de conexiones, materiales, intervalos de medición y condiciones de operación

principalmente. Este tipo de información se encuentra en ocasiones reportada en las patentes que protegen la propiedad intelectual de los desarrollos, por lo que no siempre es fácil tener acceso a ellas.

**CAPÍTULO II**

**REDISEÑO, ARMADO E  
IMPLEMENTACIÓN DEL  
SISTEMA DE  
PERMEACIÓN**

---

## **CAPITULO II REDISEÑO, ARMADO E IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE PERMEACIÓN**

### **2.1 Descripción del proceso de permeación**

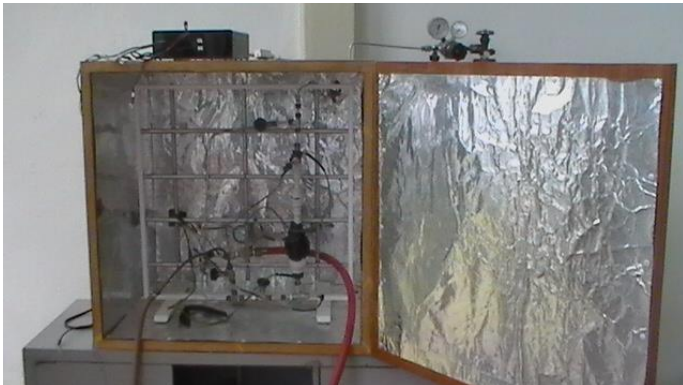
En el proceso de permeación isocórico se hace pasar un gas a través de una membrana, montada en una celda de permeación. Se alimenta un gas a alta presión a la entrada y se genera una baja presión a la salida de la membrana. Estas zonas se identifican como antes y después de la celda de permeación. Antes de comenzar la medición de la permeabilidad, el sistema se somete a alto vacío a temperatura controlada. Para iniciar el experimento, se hace pasar el gas en la zona de alta presión. La permeabilidad se cuantifica mediante el monitoreo del incremento de presión en la zona baja de la membrana, usando un transductor de presión.

### **2.2 Análisis y diagnóstico del permeador isocórico SPI-1**

En la Ilustración 1 se muestran las imágenes del permeador isocórico, con código de referencia SPI-1, construido en el laboratorio de operaciones unitarias de la FIQ. El sistema cuenta con un suministro de alimentación de los gases a un volumen de recepción, un sistema de vacío en la zona de alta y baja presión, un módulo de membrana, sensores de presión tipo MPX5700A de 0.7 a 5 voltios de señal analógica, una manta de calentamiento a lo largo de la tubería para acondicionar el sistema a la temperatura deseada, un sistema de recepción del volumen de permeado y una interfaz para conectar los sensores de presión a una computadora.

Al llevarse a cabo la revisión del estado físico se identificó que el permeador presenta problemas de operación en cuanto a la presión de vacío que podía alcanzar debido a la bomba usada para tal efecto, los sistemas de medición de presión eran sensibles en un intervalo muy limitado, un sistema de calentamiento deficiente en el control de la temperatura, una alta velocidad de la pérdida de vacío en zona de baja presión, principalmente.

La puesta en marcha del equipo junto la inspección visual permitió determinar que la operación era complicada y como consecuencia las variables de operación, presión y temperatura, resultaban difíciles de controlar. No obstante, el sistema sirvió de base para generar el diseño de un nuevo permeador, donde se corrigieran los defectos tanto de operación, como selección de material y de diseño de la línea.



**Ilustración 1 Sistema preliminar de permeación SPI-1.**

Uno de los puntos más sensibles de mejorar el sistema de medición de la presión y de generación de vacío. No obstante, para ocupar equipo que permita alcanzar una presión de vacío más baja, es necesario modificar el tipo de conexiones usadas para las líneas de gases.

Así, se establecen una serie de propuestas de mejora para la modificación del diseño del permeador SPI-1. Es importante mencionar que, ante la magnitud de las modificaciones a

realizar, se decidió construir un nuevo permeador alternativo al SPI-1. Los cambios aparecen de manera notable en el diagrama de tubería de la Figura 10 y en la selección de materiales para la construcción de la línea de separación de gases.

## 2.2 Propuestas de mejora

1. El reservorio de alimentación de gas que se encontraba en la parte exterior del horno del sistema de permeación, se deberá colocar en el interior del horno con objeto de mantenerla a la temperatura de permeación.
2. Reducir la longitud de la tubería de alimentación al módulo de permeación con objeto de minimizar los puntos de fuga de la presión.
  - a. Instalar las válvulas de alimentación del gas, así como las de vacío, cercanas a una pared del horno con objeto de sacar el vástago de cada válvula fuera del horno para realizar la manipulación de éstas desde el exterior de la cámara de permeación.
3. Soldar las piezas de unión al módulo de permeación, con objeto de reducir las zonas de fugas.
4. Reducir la extensión de la tubería en la zona de baja presión para la recepción del permeado, para minimizar los puntos de fuga.
5. Instalar transductores de presión MKS, los cuales deberán operar de 0 a 25000 torr (483.4 psi) en la zona de alta presión y de 0 a 10 Torr (0.193 psi) en la zona de baja presión. Asimismo, la instalación de los transductores se propone dentro de la cámara de permeación, con objeto de realizar las mediciones a la temperatura de permeación.
6. Fabricar un horno de permeación con un sistema de ventilación para lograr una temperatura homogénea en la cámara de permeación mediante convección forzada.
7. Seleccionar los materiales para la construcción de la línea de separación de gases, de acuerdo a las especificaciones de vacío requeridas. Utilizar accesorios para tubos y válvulas VCR SWAGELOK®.

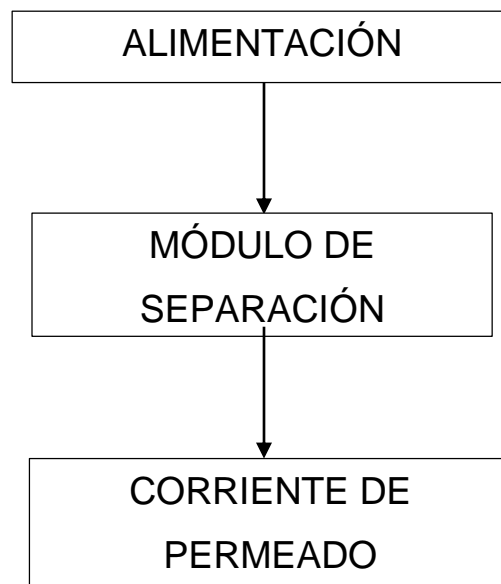
### 2.3 Rediseño del sistema de permeación

En este trabajo realizamos la reingeniería de un sistema de permeación de gases para membranas planas, el cual puede operar a temperatura constante y en el cual, la determinación de la permeabilidad se realiza mediante el método del tiempo de retardo de permeación, conocido como time-lag. El sistema de permeación fue probado en la determinación de la permeabilidad a diferentes gases, de membranas a base de poliimidas, mostrando reproducibilidad en los datos generados. Este nuevo sistema de permeación tiene como código de referencia SPI-2.

#### 2.3.1 Diagramas de proceso del sistema de permeación SPI-2

La **Figura 8** muestra el diagrama de bloques del sistema de separación, donde la alimentación de gases proviene de reservorios a una presión conocida.

El gas se alimenta al módulo de separación donde se coloca la membrana. El gas pasa a través de la membrana y forma la corriente de permeado.



**Figura 8. Diagrama de bloques del sistema de permeación SPI-2**

En la **Figura 9** se muestra el diagrama de flujo del proceso (DFP), en el cual se describe la secuencia de las unidades del sistema de permeación y se identifican las corrientes que intervienen. El proceso inicia con la alimentación del gas  $G$  a una temperatura constante, controlada con  $\pm 0.1^\circ\text{C}$  de precisión y una presión de alimentación  $P_0$  en psi. En la corriente 1, se alimenta el gas puro y se monitorea la variación de la presión mediante un transductor de presión. El gas entra al módulo de membrana  $M - 108$ , donde se lleva a cabo la permeación del gas. La presión a la salida del módulo, forma la corriente dos y corresponde al gas permeado. Un transductor de presión monitorea el incremento de la presión del gas en esta zona y se almacena en un reservorio de volumen conocido.

El diagrama de tubería e instrumentación del proceso (DTI) se muestra en la **Figura 10**. La línea de alimentación del gas de  $\frac{1}{4}$  de pulgada en acero inoxidable, se conecta mediante una válvula de compuerta ( $V - 001$ ) al reservorio del sistema de permeación. La línea consta de un manómetro de presión ( $MP - 002$ ) conectado mediante una unión Te ( $T - 003$ ), la cual sale hacia el reservorio con una reducción ( $R - 004$ ) NPT a  $\frac{1}{8}$  de pulgada. El gas se almacena en un reservorio ( $R1$ ) unido a la misma línea mediante conexiones NPT. El reservorio cuenta con una válvula de fuelle ( $C - 101$ ) a la salida, con conexiones VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada, que lleva el gas hacia la corriente 1. A la salida de la válvula se instala una unión Te ( $T - 102$ ) hembra de  $\frac{1}{4}$  de pulgada con conexiones VCR. Una salida está conectada a la válvula de fuelle ( $B - 103$ ) de  $\frac{1}{4}$  de pulgada con conexiones VCR. El otro extremo de la conexión Te ( $T - 102$ ) está conectada hacia otra Te macho ( $T - 103$ ) de  $\frac{1}{4}$  de pulgada con conexiones VCR, que une hacia la válvula de fuelle ( $B - 104$ ). A la salida de ésta última está conectado el transductor ( $TP - 105$ ) de la zona de alta presión mediante una unión macho - macho ( $UM - 106$ ) VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada. El otro extremo de la unión Te - 103 está conectado a un tubo flexible ( $TF - 107$ ) VCR hembra de  $\frac{1}{4}$  de pulgada VCR macho hacia el módulo de permeación ( $M - 108$ ).

A la salida de válvula  $B - 103$  se conecta una Te hembra VCR ( $T - 109$ ) que divide la corriente hacia la bomba de vacío ( $BV - 110$ ) mediante tubo de acero inoxidable de  $\frac{1}{4}$  de pulgada, usando conexiones VCR. El otro extremo de la unión  $T - 109$  está unido a una válvula de fuelle VCR macho ( $A - 111$ ). Esta válvula se conecta mediante una unión hembra - hembra VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada hembra VCR ( $U - 112$ ), a una cruz macho ( $CM -$

113) VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada. Un extremo de la unión CM – 113 está conectado mediante un tubo flexible (TF – 118) VCR hembra de  $\frac{1}{4}$  de pulgada VCR macho a una Te (T – 119) hembra VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada que lleva a la salida del módulo de membrana M – 108. El otro extremo de la unión T – 119 está unido a una Te (T – 120) VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada que sale hacia una válvula antiretorno (VA – 121) VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada calibrada a 10 psi de presión máxima. El otro extremo de la Te – 120 está conectada a una válvula de fuelle (E – 122) VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada que está conectada a una Te (T – 123) VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada la cual está conectada a un manómetro de presión (MP – 124) y el otro extremo hacia el reservorio de calibración (R3) mediante una unión VCR macho de  $\frac{1}{4}$  de pulgada NPT macho de  $\frac{1}{4}$  de pulgada.

El otro extremo a una válvula de fuelle (A – 114) VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada, la cual está conectada mediante una unión macho – macho (UM – 115) VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada al transductor (TP – 116) de la zona de baja presión. El último extremo de la unión CM – 113 está conectado a una válvula de fuelle hembra (D – 117) VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada, la cual está conectada al reservorio (R2) de recepción de permeado mediante una unión VCR de  $\frac{1}{4}$  de pulgada.

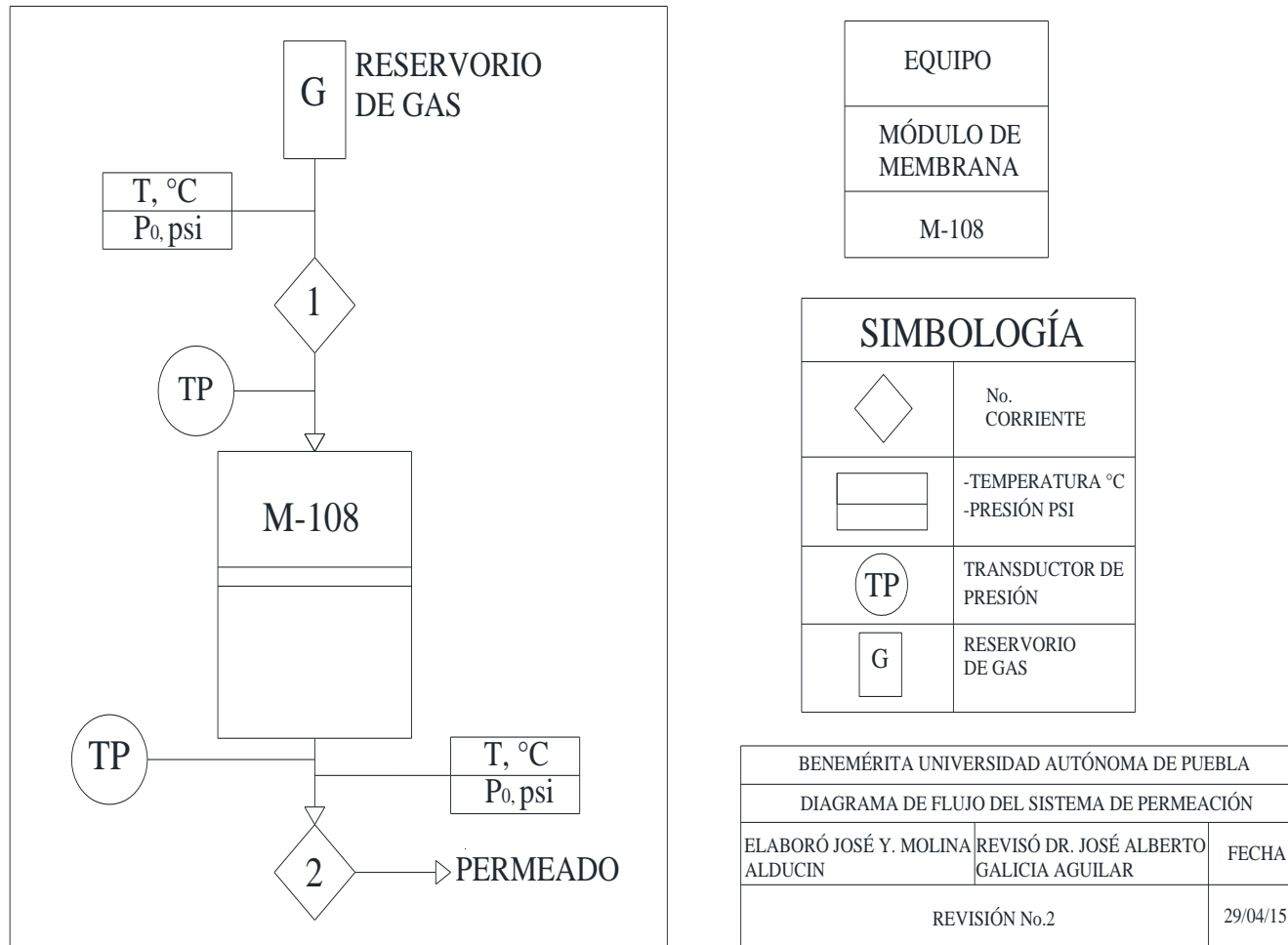


Figura 9. Diagrama de flujo de proceso del sistema de permeación SPI-2.



## 2.4 Materiales

Las características de cada uno de los accesorios usados para la construcción de la línea de separación de gases se muestran en las hojas de datos que se presentan a continuación. Las características de los accesorios fueron extraídas de las fichas técnicas reportadas por los fabricantes[14,15,16]

### 2.4.1 Lista de materiales

La lista de válvulas, accesorios e instrumentos necesarios se enlistan a continuación. Las especificaciones del diámetro se refieren al diámetro interno del material.

*-Válvulas y accesorios*

<b>Cantidad</b>	<b>Descripción</b>
<b>1.5 metros</b>	Tubo de acero inoxidable 316 de 1/4 de pulgada
<b>40 cm</b>	Tubo de acero inoxidable 316 de 1/8 de pulgada
<b>2</b>	Tubo flexible de 12 pulgadas de largo VCR hembra de 1/4 de pulgada VCR macho.
<b>3</b>	Válvula VCR hembra de 1/4 de pulgada
<b>4</b>	Válvula VCR macho de 1/4 de pulgada
<b>1</b>	Válvula antirretorno VCR 1/4 de pulgada
<b>2</b>	Conector macho NPT 1/4 de pulgada hembra VCR 1/4 de pulgada
<b>4</b>	Conector macho VCR-Racor de 1/4 de pulgada
<b>1</b>	Conector macho VCR-macho NPT de 1/4 de pulgada
<b>4</b>	Unión TE tipo VCR hembra de 1/4 de pulgada
<b>2</b>	Unión TE tipo VCR macho de 1/4 de pulgada
<b>3</b>	Unión hembra VCR de 1/4 de pulgada hembra VCR
<b>2</b>	Unión macho doble VCR de 1/4 de pulgada

1	Unión reductora de 1/4 a 1/8 de pulgada
1	Unión cruz tipo VCR de 1/4 de pulgada
30	Junta plana metálica VCR de 1/4"
2	Manómetros con cuerda NPT 1/4 de pulgada
1	Transductor de alta presión ( 0 a 25000 torr)
1	Transductor de baja presión (0 a 10 torr)
1	Fuente de alimentación y lectura digital PR4000B

*-Equipo*

<b>Cantidad</b>	<b>Descripción</b>
1	Cámara de permeación millipore
2	Reservorios de toma de muestra VCR de 1/4 de pulgada de acero inoxidable
1	Reservorio de aluminio con uniones tipo VCR de 1/4 de pulgada
1	Bomba de vacío
1	Horno de convección forzada

#### 2.4.2 Hojas de datos

A continuación se muestran las hojas de datos de cada uno de los elementos utilizados para el armado del permeador.



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

## HOJA DE DATOS

### CONECTOR MACHO VCR-RACOR DE 1/4"

REFERENCIA: SS-4-VCR-6-400		
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Conector VCR a Racor SWAGELOK de acero inoxidable 316, 1/4 de pulgada, VCR 1/4 de pulgada. SWAGELOK		
IMAGEN DE REFERENCIA	ESPECIFICACIONES	
	Material del cuerpo:	Acero inoxidable 316
	Proceso de limpieza:	Limpieza y embalaje estándar (SC-10)
	Tamaño de conexión 1:	1/4 de pulgada
	Tamaño de conexión 2:	1/4 de pulgada
	Tipo de conexión 1:	Racor de cierre frontal VCR® con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2:	Racor SWAGELOK®

### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	537°C	Dimensiones entre caras:	5/8 de pulgada
Presión de trabajo:	689 bar (10,000 psi)	Dimensiones entre caras racor:	9/16 de pulgada
Diámetro interno:	0.18 pulgadas (4.6mm)	Longitud de la pieza:	1.62 pulgadas (41.1mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS UNIÓN REDUCTORA DE 1/4" A 1/8"

REFERENCIA SS-400-6-2	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Unión reductora Swagelok de Acero inoxidable, 1/4 de pulgada x 1/8 de pulgada OD Tubo	
IMAGEN DE REFERENCIA	ESPECIFICACIONES
	Material del cuerpo: Acero inoxidable 316
	Proceso de limpieza: Limpieza y embalaje estándar (SC-10)
	Tamaño de conexión 1: 1/4 de pulgada
	Tamaño de conexión 2: 1/8 de pulgada
	Tipo de conexión 1: Racor Swagelok®
	Tipo de conexión 2: Racor Swagelok®

### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	537°C	Dimensiones entre caras:	5/8 de pulgada
Presión de trabajo:	689 bar (10 000psi)	Dimensiones entre caras racor:	7/16 de pulgada
Diámetro interno:	0.09 pulgadas (2.3mm)	Longitud de la pieza:	1.53pulgadas (38.9mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS UNIÓN TE TIPO VCR HEMBRA DE 1/4"

REFERENCIA 6LV-4-WVCR-T-FFF		
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Racor Soldado VCR de Acero inoxidable 316L VAR, Te hembra, 1/4 de pulgada WVCR		
<b>IMAGEN DE REFERENCIA</b>	<b>ESPECIFICACIONES</b>	
	Material del cuerpo:	Acero inoxidable 316L VAR
	Proceso de limpieza:	Limpieza y embalaje estándar (SC-10)
	Tamaño de conexión 1:	1/4 de pulgada
	Tamaño de conexión 2:	1/4 de pulgada
	Tamaño de conexión 3:	1/4 de pulgada
	Tipo de conexión 1:	Racor de cierre frontal VCR® hembra con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2:	Racor de cierre frontal VCR® hembra con junta plana metálica
Tipo de conexión 3:	Racor de cierre frontal VCR® hembra con junta plana metálica	

### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	537°C	Dimensiones entre caras:	3/4 de pulgada
Presión de trabajo:	689 bar (10,000psi)	Longitud de unión te hacia orificio de prueba de fugas	1.0 pulgadas (25.4mm)
Diámetro interno:	0.18 pulgadas (4.6mm)	Longitud de la pieza:	1.71 pulgadas (43.4mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS VÁLVULA VCR HEMBRA DE 1/4"

REFERENCIA SS-4BK-V51	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Válvula de fuelle de Acero inoxidable, con junta, Obturador de PCTFE, ¼ de pulgada Swagelok VCR hembra, Limpieza SC-11	
IMAGEN DE REFERENCIA	ESPECIFICACIONES
	Material del cuerpo: Acero inoxidable 316L VAR
	Proceso de limpieza: Limpieza y embalaje estándar (SC-11)
	Tamaño de conexión 1: ¼ de pulgada
	Tamaño de conexión 2: ¼ de pulgada
	Tipo de conexión 1: HEMBRA ACCESORIO CIERRE FRONTAL VCR CON JUNTA PLANA
	Tipo de conexión 2: HEMBRA ACCESORIO CIERRE FRONTAL VCR CON JUNTA PLANA


### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	315°C	Dimensiones entre caras:	¾ de pulgada	
Presión de trabajo:	27.5 bar (400psi)		Longitud del cuerpo:	2.46pulgadas (62.5mm)
Diámetro interno:	0.16 pulgadas (4.1mm)		Longitud de la pieza:	3.64pulgadas (92.5mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

**HOJA DE DATOS****UNIÓN HEMBRA VCR DE 1/4" - HEMBRA VCR DE 1/4"**

REFERENCIA SS-4-WVCR-6-DF		
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Unión hembra soldada doble VCR de Acero inoxidable 316, ¼ de pulgada		
<b>IMAGEN DE REFERENCIA</b>	<b>ESPECIFICACIONES</b>	
	Material del cuerpo:	Acero inoxidable 316
	Proceso de limpieza:	Limpieza y embalaje estándar (SC-10)
	Tamaño de conexión 1:	¼ de pulgada
	Tamaño de conexión 2:	¼ de pulgada
	Tipo de conexión 1:	Racor de cierre frontal VCR® hembra con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2:	Racor de cierre frontal VCR® hembra con junta plana metálica

**CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES**

Temperatura máxima:	537°C	Dimensiones entre cara 1:	¾ de pulgada
Presión de trabajo:	689 bar (10000psi)	Dimensión entre cara 2:	¾ de pulgada
Diámetro interno:	0.18 pulgadas(4.6mm)	Longitud de la pieza:	3.64 pulgadas (43.4mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS UNIÓN TE TIPO VCR MACHO DE 1/4"

REFERENCIA SS-4-VCR-T	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Unión te VCR de Acero inoxidable 316, 1/4 de pulgada	
IMAGEN DE REFERENCIA	ESPECIFICACIONES
	Material del cuerpo: Acero inoxidable 316
	Proceso de limpieza: Limpieza y embalaje estándar (SC-10)
	Tamaño de conexión 1: 1/4 de pulgada
	Tamaño de conexión 2: 1/4 de pulgada
	Tamaño de conexión 3: 1/4 de pulgada
	Tipo de conexión 1: Racor de cierre frontal VCR® hembra con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2: Racor de cierre frontal VCR® hembra con junta plana metálica
Tipo de conexión 3: Racor de cierre frontal VCR® con junta plana metálica	

### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	537°C	Dimensiones entre caras:	1/2 de pulgada	
Presión de trabajo:	689 bar (10000psi)		Longitud de cada lado:	1.07 pulgadas (27.2mm)
Diámetro interno:	0.25 pulgadas (6.4mm)		Longitud de la pieza:	2.14 pulgadas (54.4mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS VÁLVULA VCR MACHO DE 1/4"

REFERENCIA SS-4BK-VCR	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Válvula de fuelle de Acero inoxidable, con junta, Obturador de PCTFE, ¼ de pulgada VCR Macho, Limpieza SC-11	
<b>IMAGEN DE REFERENCIA</b>	<b>ESPECIFICACIONES</b>
	Material del cuerpo: Acero inoxidable 316L VAR
	Proceso de limpieza: Limpieza y embalaje estándar (SC-11)
	Tamaño de conexión 1: ¼ de pulgada
	Tamaño de conexión 2: ¼ de pulgada
	Tipo de conexión 1: Macho accesorio cierre frontal VCR con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2: Macho accesorio cierre frontal VCR con junta plana metálica

### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	315°C	Dimensiones entre caras:	¾ de pulgadas	
Presión de trabajo:	27.5 bar (400psi)		Longitud del cuerpo:	2.46 pulgadas (62.5mm)
Diámetro interno:	0.16 pulgadas (4.1mm)		Longitud de la pieza:	3.64pulgadas (92.5mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS UNIÓN MACHO DOBLE VCR DE 1/4"

REFERENCIA SS-4-VCR-6-DM	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Unión macho doble VCR de Acero inoxidable 316, 1/4 pulgadas	
<b>IMAGEN DE REFERENCIA</b>	<b>ESPECIFICACIONES</b>
	Material del cuerpo: Acero inoxidable 316
	Proceso de limpieza: Limpieza y embalaje estándar (SC-10)
	Tamaño de conexión 1: 1/4 de pulgada
	Tamaño de conexión 2: 1/4 de pulgada
	Tipo de conexión 1: Racor de cierre frontal VCR® con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2: Racor de cierre frontal VCR® hembra con junta plana metálica

### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	537°C	Dimensiones entre caras:	5/8 de pulgada	
Presión de trabajo:	689 bar (10000psi)		Longitud de la cuerda:	1.07 pulgadas (27.2mm)
Diámetro interno:	0.18 pulgadas (4.6mm)		Longitud de la pieza:	1.55 pulgadas (39.4mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS TRANSDUCTOR DE ALTA PRESIÓN

REFERENCIA 72BRCTCD2FA	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Transductor de alta presión Baratron MKS modelo 722BRCTCD2FA, presión de 0.00 a 25000.00 Torr	
IMAGEN DE REFERENCIA	ESPECIFICACIONES
	Material del cuerpo: Acero inoxidable 316
	Tamaño de conexión 1: 3/4 de pulgada
	Tipo de conexión 1: Racor de cierre frontal VCR® con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2: Conector a interface de 9 pines


### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	50°C	Entrada 1 de transductor:	0 a ±5 VDC
Presión mínima de trabajo:	0 torr	Entrada de transductor:	0 a ±10 VDC
Presión máxima de trabajo:	25000 torr	Tipo de cables de salida:	Tipo 722 (conector de 9 pines) (CB700-1-10)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS TRANSDUCTOR DE BAJA PRESIÓN

REFERENCIA 722B11TCD2FA	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Transductor de alta presión Baratron MKS modelo 722B11TCD2FA, presión de 0.00 a 10.00 Torr	
IMAGEN DE REFERENCIA	ESPECIFICACIONES
	Material del cuerpo: Acero inoxidable 316
	Tamaño de conexión 1: ¾ de pulgada
	Tipo de conexión 1: Racor de cierre frontal VCR® con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2: Conector a interface de 9 pines


### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	50°C	Entrada 1 de transductor:	0 a ±5 VDC
Presión mínima de trabajo:	0 torr	Entrada de transductor:	0 a ±10 VDC
Presión máxima de trabajo:	10 torr	Tipo de cables de salida:	Tipo 722 (conector de 9 pines) (CB700-1-10)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

**HOJA DE DATOS****TUBO FLEXIBLE DE 12" DE LARGO VCR HEMBRA DE 1/4" POR VCR MACHO**

REFERENCIA 321-4-X-12FMR		
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Tubo flexible de acero inoxidable 321, ¼ pulgada OD, 12 pulgadas de longitud nominal, ¼ de pulgada VCR hembra x ¼ de pulgada VCR macho		
<b>IMAGEN DE REFERENCIA</b>	<b>ESPECIFICACIONES</b>	
	Material del cuerpo:	Acero inoxidable 321
	Tamaño de conexión 1:	¼ de pulgada
	Tamaño de conexión 2:	¼ de pulgada
	Tipo de conexión 1:	Tuerca hembra accesorio cierre frontal con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2:	Tuerca hembra accesorio cierre frontal con junta plana metálica

**CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES**

Temperatura de operación:	20 a 537°C	Dimensiones entre caras:	3/4 pulg	
Presión de trabajo:	1.7bar(25pi)		Diámetro exterior:	1.08 pulgadas (27.4mm)
Diámetro interno:	0.75 pulgadas (19.0mm)		Longitud de la pieza:	12 pulgadas



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS CONECTOR MACHO NPT 1/4"-HEMBRA VCR 1/4"

REFERENCIA SS-4-WVCR-1-4	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Conector macho soldado VCR de acero inoxidable 316, ¼ de pulgada WVCR x ¼ de pulgada NPT macho, limpieza y embalaje estándar (SC-10)	
IMAGEN DE REFERENCIA	ESPECIFICACIONES
	Material del cuerpo: Acero inoxidable 316
	Proceso de limpieza: Limpieza y embalaje estándar (SC-10)
	Tamaño de conexión 1: ¼ de pulgada
	Tamaño de conexión 2: ¼ de pulgada
	Tipo de conexión 1: Racor de cierre frontal VCR® con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2: NPT macho

### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	537°C	Dimensiones entre caras:	¾ de pulgada
Presión de trabajo:	551 bar (8000psi)	Longitud de la cuerda:	0.56 pulgadas (14.2mm)
Diámetro interno:	0.18 pulgadas (4.6mm)	Longitud de la pieza:	1.79 pulgadas (45.5mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS VÁLVULA ANTIRRETORNO VCR 1/4"

REFERENCIA SS-4C-VCR-10		
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Válvula antirretorno de acero inoxidable 316, presión fija, ¼ de pulgada Swagelok VCR, 10 psi (0.69 bar, 0.069 MPa), limpieza y embalaje especial (SC-11)		
<b>IMAGEN DE REFERENCIA</b>	<b>ESPECIFICACIONES</b>	
	Material del cuerpo:	Acero inoxidable 316
	Proceso de limpieza:	Limpieza y embalaje estándar (SC-11)
	Tamaño de conexión 1:	¼ de pulgada
	Tamaño de conexión 2:	¼ de pulgada
	Tipo de conexión 1:	Macho accesorio cierre frontal VCR con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2:	Macho accesorio cierre frontal VCR con junta plana metálica
	Presión de disparo:	10 psi (0.69 bar, 0.069 MPa)


### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	537°C	Dimensiones entre caras:	5/8 de pulgada	
Presión máxima de trabajo:	0.69 bar (10 psi)		Entre caras:	9/16 de pulgada
Diámetro interno:	0.18 pulgadas (4.6mm)		Longitud de la pieza:	2.35 pulgadas (59.7mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS UNIÓN CRUZ TIPO VCR DE 1/4"

REFERENCIA SS-4-VCR-CS	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Unión cruz VCR de acero inoxidable 316, 1/4 de pulgada	
<b>IMAGEN DE REFERENCIA</b>	<b>ESPECIFICACIONES</b>
	Material del cuerpo: Acero inoxidable 316
	Proceso de limpieza: Limpieza y embalaje estándar (SC-10)
	Tamaño de conexión 1: 1/4 de pulgada
	Tamaño de conexión 2: 1/4 de pulgada
	Tamaño de conexión 3: 1/4 de pulgada
	Tamaño de conexión 4: 1/4 de pulgada
	Tipo de conexión 1: Racor de cierre frontal VCR® hembra con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2: Racor de cierre frontal VCR® hembra con junta plana metálica
	Tipo de conexión 3: Racor de cierre frontal VCR® hembra con junta plana metálica
	Tipo de conexión 4: Racor de cierre frontal VCR® hembra con junta plana metálica


### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	537°C	Dimensiones entre caras:	3/4 de pulgada	
Presión de trabajo:	689 bar (10 000psi)		Longitud de la cuerda:	1.07 pulgadas (27.2mm)
Diámetro interno:	0.18 pulgadas (4.6mm)		Longitud de la pieza:	2.14 pulgadas (54.4mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS CONECTOR MACHO VCR-MACHO NPT DE 1/4"

REFERENCIA SS-4-VCR-1-4	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Conector macho VCR a rosca NPT macho de Acero inoxidable de ¼ de pulgada VCR x ¼ de pulgada NPT macho	
IMAGEN DE REFERENCIA	ESPECIFICACIONES
	Material del cuerpo: Acero inoxidable 316
	Proceso de limpieza: Limpieza y embalaje estándar (SC-10)
	Tamaño de conexión 1: ¼ de pulgada
	Tamaño de conexión 2: ¼ de pulgada
	Tipo de conexión 1: Racor de cierre frontal VCR® con junta plana metálica
	Tipo de conexión 2: NPT macho


### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	537°C	Dimensiones entre caras:	5/8 de pulgada
Presión de trabajo:	689 bar (10000psi)	Longitud de la cuerda:	0.56 pulgadas (14.2mm)
Díámetro interno:	0.18 pulgadas (4.6mm)	Longitud de la pieza:	1.49 pulgadas (37.8mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS HORNO DE CONVECCIÓN FORZADA

REFERENCIA HRF-07	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Horno de convección forzada de acero inoxidable 316 HRF-07 de 120V	
IMAGEN DE REFERENCIA	ESPECIFICACIONES
	Material del cuerpo interior: Acero inoxidable 316
	Material del cuerpo exterior: Acero
	Alimentación: 120V 50/60 hz


### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Rango de temperatura:	$\pm 5$ °C a 210°C
Sensibilidad:	0.1°C
Estabilidad:	$\pm 1$ °C
Dimensiones interiores:	19.69 pulgadas ancho x 24.8 pulgadas de largo x 25.75 pulgadas de altura (500.13 mm ancho x 629.92 mm largo x 654.05 mm de altura)
Dimensiones exteriores	22.72 pulgadas ancho x 31.89 pulgadas de largo x 35.4 pulgadas de altura (577.09 mm ancho x 810.01mm largo x 899.16mm de altura)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS RESERVORIO DE TOMA DE MUESTRA DE 1/4"

REFERENCIA BAI-316-101	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Reservorio de toma de muestra de acero inoxidable VCR de ¼ de pulgada, 13cm de largo, 5cm diámetro externo.	
<b>IMAGEN DE REFERENCIA</b>	<b>ESPECIFICACIONES</b>
	Material del cuerpo: Acero inoxidable 316
	Tamaño de conexión : ¼ de pulgada
	Tipo de conexión: VCR de ¼ de pulgada

### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	537°C	Dimensiones entre caras.	9/16 de pulgada	
Presión de trabajo:	689 bar (10000psi)		Diámetro	1.96 pulgadas (50mm)
Diámetro interno:	0.18 pulgadas (4.6mm)		Longitud de la pieza:	5.11 pulgadas (130mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS JUNTA PLANA METALICA VCR DE 1/4"

REFERENCIA SS-4-VCR-2-GR	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Junta plana VCR de Acero inoxidable 316 de ¼ de pulgada. Ensamblaje de Junta recubierta de plata con Retenedor	
<b>IMAGEN DE REFERENCIA</b>	<b>ESPECIFICACIONES</b>
	Material del cuerpo: Acero inoxidable 316
	Proceso de limpieza: Limpieza y embalaje estándar (SC-10)
	Tamaño de conexión : ¼ de pulgada

### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	537°C
Presión de trabajo:	537 (1000psi)
Diámetro interno:	0.24 pulgadas (6.1mm)
Diámetro externo:	0.50 pulgadas (12.7mm)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS BOMBA DE VACÍO HI-CUBE PFEIFFER VACUUM

DIAGRAMA DE REFERENCIA	DATOS DE TÉCNICOS Y ESPECIFICACIONES	
	Brida (in):	DN 63 CF-F
	Velocidad de bombeo N <sub>2</sub> :	67 l/s
	Velocidad de bombeo de la bomba auxiliar a 50Hz:	0.9 m <sup>3</sup> /s
	Presión final:	< 1 x 10 <sup>-7</sup> mbar
	Requerimiento de red:	110V, 50/60Hz; 230V, 50/60Hz
	Red requerimiento: el consumo de energía:	230 V AC
	Peso:	17 Kg
	DIMENSIONES	
	Brida (in):	DN 63 CF-F
	A	349.5mm
B	165mm	

### CONDICIONES DE OPERACIÓN

Ubicación de la instalación:	Protegida del clima (adentro)		
Categoría de protección:	IP 20	Altura de instalación	2000 m máx.
Clase de protección:	I	Grado de contaminación	2
Temperatura:	+5 °C a 35°C enfriado por aire	Sobretensión	II
Humedad relativa:	Max. 80% a T ≤ 31°C max. Arriba 50% a T ≤ 40°C	Voltaje de conexión	24 VDC ±5%
Presión Atmosférica:	75KPa-106KPa		



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS FUENTE DE ALIMENTACIÓN Y LECTURA DIGITAL PR4000B

DIAGRAMA DE REFERENCIA	DATOS DE TÉCNICOS Y ESPECIFICACIONES	
	Tipo de pantalla:	LCD retroiluminada de 4.5 dígitos
	No. De canales:	2
	Salidas:	1 salida analógica por canal con resolución de 16 bits
	Memoria:	Memoria no volátil
	Poder de entrada:	85-256 VAC, 47-63 Hz
	Peso	2.4 kg (5.3lbs)

### CONDICIONES DE OPERACIÓN

Temperatura ambiente de operación:	15° - 40°C
Fuente de alimentación:	±15 VDC a 1.5 Amperes
Entrada de transductor:	0 a ±5 y 0 a ±10 VDC
Interface:	RS-232
Cables de transductores de presión:	Tipo 722 (conector de 9 pines) (CB700-1-10)



Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS MÓDULO DE MEMBRANA DE ACERO INOXIDABLE 316 DE 47mm

DIAGRAMA DE REFERENCIA	DATOS DE TÉCNICOS Y ESPECIFICACIONES	
	Diámetro de filtro:	47mm
	Materiales:	Acero inoxidable 316 y O-rings de viton
	Área de filtración:	9.6cm <sup>2</sup>
	Diámetro de prefiltro:	Profundidad AP 42mm; AW, 47mm
	Presión:	10,000 psi (700 bar) entrada; 1500 psi (105 bar) diferencial
	Conexiones:	7/16"-20(UNF-3B) entrada hembra y salida 7/16"-20(UNF-3B) a 1/4" NPTF
	<b>DIMENSIONES</b>	
	Altura:	44mm (1 3/4 in)
	Diámetro:	86mm (3 3/8 in)



Fecha:	20 de marzo de 2015
Número de Revisión:	2
Realizó:	JYMA
Autorizó:	JAGA
Página:	1/1

### HOJA DE DATOS MANÓMETRO DE PRESIÓN

REFERENCIA Manómetro	
DESCRIPCIÓN DE LA REFERENCIA Manómetro De Wit NPT de ¼ de pulgada. Rango de presión de 0 a 160 psi.	
IMAGEN DE REFERENCIA	ESPECIFICACIONES
	Material del cuerpo: Acero
	Tamaño de conexión 1: ¼ de pulgada
	Tipo de conexión 1: Conexión tipo NPT
	Extra: No usar aceite

### CONDICIONES DE OPERACIÓN Y DIMENSIONES

Temperatura máxima:	100°C	Diámetro:	1.97 pulgadas (50mm)
Presión mínima de trabajo:	0 psi	Longitud de la cuerda:	0.56 pulgadas (14.2mm)
Presión máxima de trabajo:	160psi	Longitud de la pieza:	1.49 pulgadas (37.8mm)

## 2.5 Requerimientos de servicios auxiliares

### -Corriente alterna (CA)

Para el funcionamiento del sistema de permeación es necesaria corriente alterna (CA) con tensión de 110 V, utilizada para la operación del horno, la bomba de vacío y el controlador de presión PR4000B.

La energía alterna es tomada directamente de las tomas de corriente de las instalaciones de la Facultad de Ingeniería Química.

## 2.6 Manejo de sustancias e información de seguridad

### 2.6.1 Manejo de sustancias

Los gases utilizados en el proceso de permeación son  $N_2$ ,  $H_2$ ,  $CO_2$  y  $CH_4$ . Los gases son suministrados por la empresa INFRA en cilindros de  $0.1m^3$ .

Los cilindros se encuentran almacenados en una caseta para gases para evitar accidentes, descargas o manipulación por personas no autorizadas.

### 2.6.2 Información de seguridad de $H_2$ , $N_2$ , $CO_2$ y $CH_4$ .

La información general de los gases se muestra a continuación:

- **NITRÓGENO**

#### **DATOS GENERALES DEL PRODUCTO**

Nombre Químico: Nitrógeno

Nombre Comercial: Nitrógeno

Sinónimos: Nitrógeno Líquido (LIN)

Formula:  $N_2$

Familia Química: Gases Inertes

**PROPIEDADES FÍSICAS**

Punto de ebullición a 1 atm: -195.8 °C (-320.5° F)

Punto de congelamiento a 1 atm: -210.0°C (-336.0°F)

Presión de vapor n/a

Solubilidad en agua a 20°C, 1 atm: 1.52% en volumen

Densidad del líquido al punto de ebullición a 1 atm: 0.808 kg/lt

Densidad del gas a 21.1°C, 1 atm. 1.1614 kg/m<sup>3</sup>

Apariencia y olor el nitrógeno en estado líquido o gaseoso es incoloro.

Gravedad específica a 68°F (aire=1) 0.967

**• HIDRÓGENO****DATOS GENERALES DEL PRODUCTO**

Nombre Químico: Hidrógeno

Nombre Comercial: Hidrógeno

Sinónimos: Hidrógeno

Formula: H<sub>2</sub>

Familia Química: No Metales

Inf. Relevante: Gas Inflamable, Gas Asfixiante

**PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DEL PRODUCTO**

Temperatura de Ebullición: 20.384 K (-252.8 °C) a 101.325 kPa

Temperatura de Fusión: 13.95 K (-259.2 °C) a 7.075 kPa

Temperatura de Inflamación: 255 K (-18.15 °C)

Temperatura de Autoignición: 844.3 K (571.2 °C)

Densidad: 0.08235 kg/m<sup>3</sup> a 101.325 kPa; 25 °C

pH: NA

Peso Molecular: 2.016 g/mol

Estado Físico: Gas

Color: Incoloro

Olor: Inodoro

Solubilidad en Agua:  $0.0182 \text{ cm}^3/1 \text{ cm}^3$  Agua a 101.325 kPa, 20 °C

Límite Superior de Inflamabilidad / Volatilidad: 75.0 %

Límite Inferior de Inflamabilidad / Volatilidad: 4.0 %

- **DIÓXIDO DE CARBONO**

**DATOS GENERALES DEL PRODUCTO**

Nombre Químico: Dióxido de Carbono

Nombre Comercial: Dióxido de Carbono

Sinónimos: Bióxido de Carbono, Anhídrido Carbónico, Óxido de carbono (IV), Gas Carbónico

Formula:  $\text{CO}_2$

Familia Química: Óxidos No Metálicos

Inf. Relevante: Asfixiante simple

**PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DEL PRODUCTO**

Temperatura de Ebullición: 185.04K (-88.11 °C) a 101.325 kPa

Temperatura de Fusión: 216.55 K (-56.6 °C) a 517.97 kPa

Densidad:  $1.9770 \text{ kg/m}^3$  a 101.325 kPa; 0 °C

pH: ND

Peso Molecular: 44.011 g/mol

Estado Físico: Gas Licuado

Color: Incoloro

Olor: Inodoro

Solubilidad en Agua:  $0.759 \text{ cm}^3 / 1 \text{ cm}^3$  Agua a 101.325 kPa; 0 °C

Presión de Vapor: 5824 kPa a 294.25 K (21.1 °C)

- **METANO**

**DATOS GENERALES DEL PRODUCTO**

Nombre Químico: Metano

Nombre Comercial: Metano

Sinónimos: Gas pantano, hidruro de metilo, gas de alcantarillado, gas refrigerante R50

Fórmula: CH<sub>4</sub>

Familia Química: Alcano

**PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DEL PRODUCTO**

Punto de ebullición a 1 atm: -258.7°F (-161.5 °C)

Punto de congelación a 1 atm: -296.5 °F (-182.5°C)

Punto de inflamación: -306°F (-187.8°C)

Temperatura de Autoignición: 1112°F (600°C)

Densidad: 0.6784Kg/m<sup>3</sup> (0.04235lb/ft<sup>3</sup>)

pH: NA

Peso Molecular: 16.042 g/mol

Estado Físico: Gas

Color: Incoloro

Olor: Inodoro

Límite Superior de Inflamabilidad / Volatilidad: 15.0 %

Límite Inferior de Inflamabilidad / Volatilidad: 5.0 %

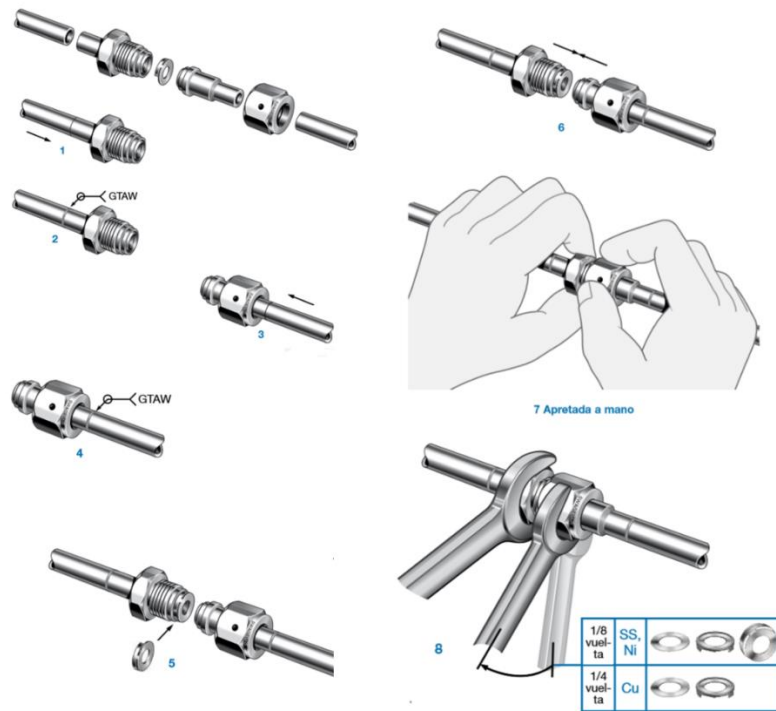
### 2.5 Armado del sistema de permeación

Para ensamblar la línea de separación de gases se cuenta con un horno de 500.13 mm ancho x 629.92 mm largo x 654.05 mm de altura, el cual tiene un programador de temperatura con una precisión de  $\pm 1^\circ\text{C}$ , y opera de 25 a  $80^\circ\text{C}$ . El horno está construido en acero inoxidable, tiene un venteo en la parte superior para su operación adiabática y un sistema de circulación de aire para mantener la temperatura constante en todo el horno mediante convección forzada.

En dicho horno, se realizaron las mediciones necesarias para la colocación de las válvulas cerca de la pared, de tal manera que los vástagos se pudieran manipularse desde el exterior del horno. Los vástagos de las válvulas fueron modificados con extensiones de tubo de cobre sujetos con dos prisioneros para lograr una extensión adicional de 10 cm.

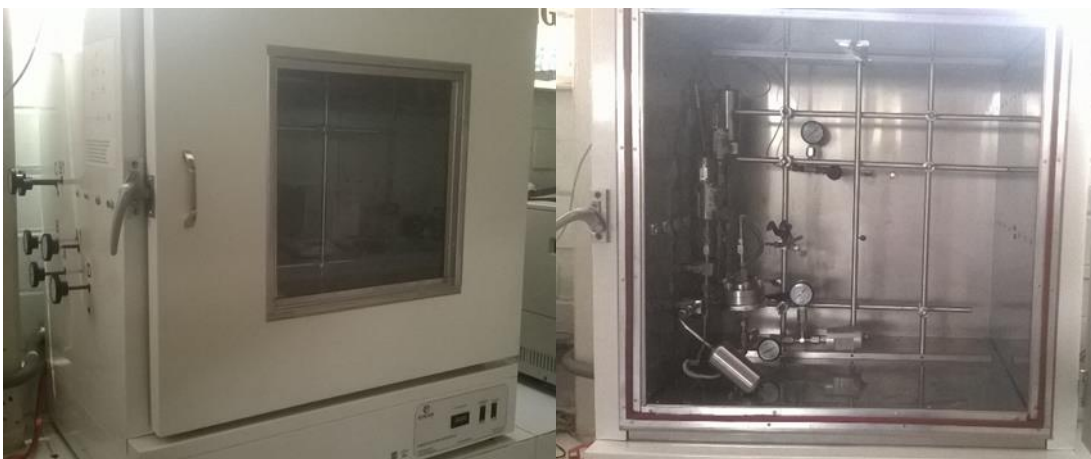
Se usaron dos reservorios de acero inoxidable, uno para la alimentación del gas y otro para recepción de permeado. En ambos reservorios se soldaron dos tubos de acero inoxidable que a su vez se soldaron a un conector macho VCR-racor de  $\frac{1}{4}$  de pulgada. El reservorio de alimentación del gas cuenta con este sistema a la entrada y salida del mismo, en tanto que el reservorio de recepción del permeado, se soldó a la salida un tapón.

Cada pieza tipo VCR lleva un asiento metálico, el cual fue descrito en la sección de materiales, y se coloca entre las piezas. Cada unión se apretó al torque indicado por especificaciones del fabricante de las piezas, el cual es  $\frac{1}{8}$  de vuelta. Esta parte es muy importante, pues asegura el perfecto sellado de las uniones y evita la presencia de fugas, sobre todo cuando se trabaja a alto vacío. La Ilustración 2 se muestra paso a paso el procedimiento de apretado de las uniones para lograr el torque deseado. Primero se unen las piezas colocando en medio el sello metálico. Posteriormente, se aprietan las piezas con las manos hasta llegar al tope. Finalmente, se fijan ambas piezas con la llave y se gira a  $\frac{1}{4}$  o  $\frac{1}{8}$  de vuelta, de acuerdo al tipo de sello que se esté usando.



**Ilustración 2** Procedimiento para apretar las uniones al torque indicado por el fabricante.

La distribución y organización final de la línea del permeador se muestra en la **Ilustración 3** y en la **Figura 11**.



**Ilustración 3** Sistema de permeación isocórico SPI-2

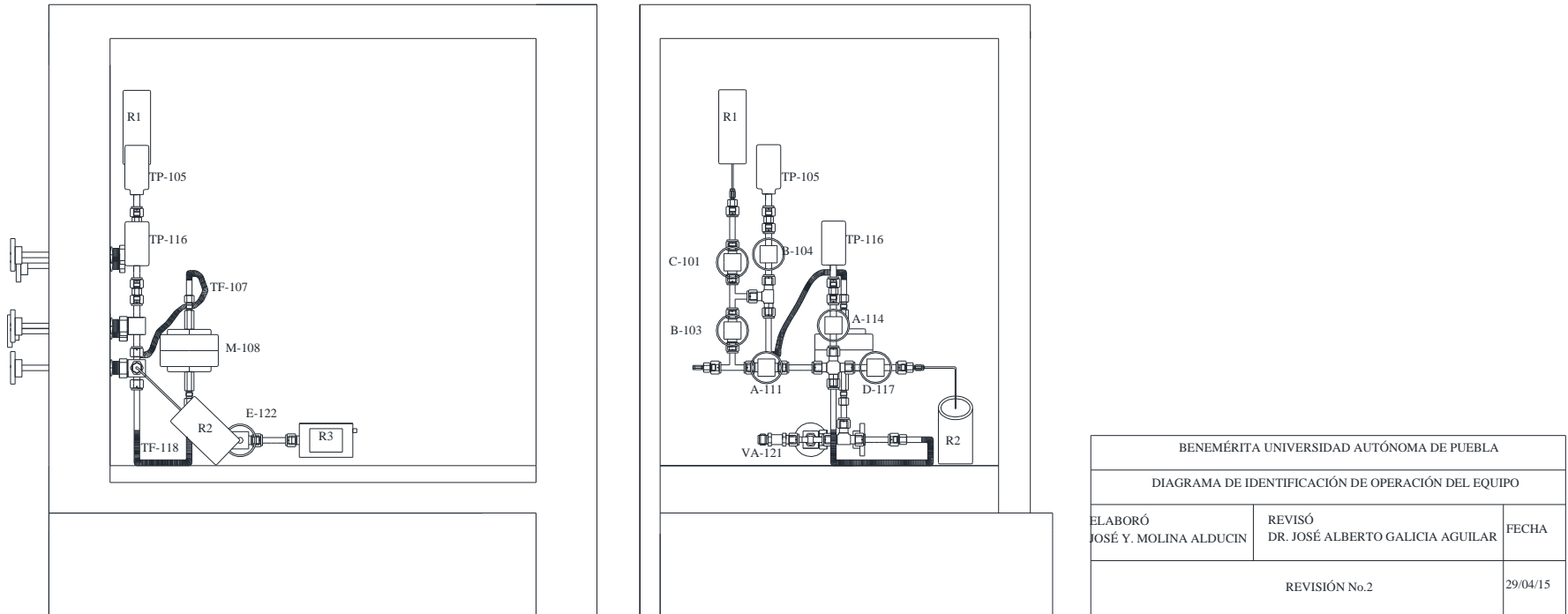


Figura 11 Sistema de permeación SPI-2

## **2.5 Procedimientos técnicos y operativos para el sistema de permeación**

A continuación se enumeran los pasos generales para operar el sistema de permeación. Posteriormente se detalla la metodología de operación de cada uno de equipos que conforman el sistema.

1. Montar la membrana en el módulo, y hacer vacío.
2. Verificar que el vacío se mantenga a una presión inferior a 1 Torr, y cerrar el módulo.
3. Cargar el gas a permear en el reservorio de alimentación a 10 psi manométricas por encima de la presión de permeación.
4. Cerrar el permeador y controlar la temperatura.
5. Hacer vacío en ambos lados de la cámara durante 12 horas.
6. Cerrar las válvulas A y B y verificar la velocidad de pérdida del vacío.
7. Alimentar el gas a permear, abriendo la válvula C.
8. Registrar los datos de incremento de la presión en ambos lados de la membrana durante el tiempo necesario para llegar al estado estacionario.
9. Cerrar la válvula C y evacuar la zona baja del módulo abriendo la válvula A mientras la válvula B está cerrada.
10. Una vez alcanzado el vacío en la zona baja, cerrar la válvula A y abrir la válvula C para iniciar de nueva cuenta la permeación.

### **2.5.1 Modo de operación del controlador de presión PR4000B**

Primero se verifica que todas las válvulas se encuentren cerradas para posteriormente poner en funcionamiento el controlador de presión PR4000B y la bomba de vacío.

#### **Funcionamiento de controlador de presión MKS PR4000B**

1. Conectar el cable de corriente a la toma de 110V ubicado en la parte posterior del controlador.
2. Posteriormente se debe encender el botón de encendido/apagado general de corriente que está arriba del cable de corriente de la parte posterior.

3. Buscar con las flechas de dirección derecha/izquierda la opción de CH1 (canal de transductor de presión baja) y CH2 (canal de transductor de presión alta).
4. En caso de paro o encendido posterior del equipo sin desconectar la toma de corriente eléctrica se podrá encender con el botón POWER ubicado en la parte baja del lado izquierdo.

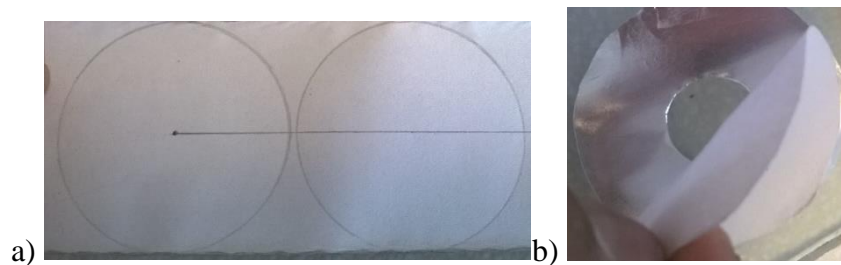
### 2.5.2 Funcionamiento de la bomba de vacío estación turbo molecular Hi cube

1. Se debe verificar que el calibrador de corriente este indicado la alimentación de corriente adecuada (115V/230V). Dicho selector se encuentra ubicado en la parte posterior derecha de la bomba.
2. La bomba se pone bajo tensión mediante el botón de encendido de color verde ubicado en la parte frontal de la bomba.
3. Después de realizar el paso anterior aparece en la pantalla un aviso que indica que se están cargando parámetros y se debe esperar a que esto termine. Cuando esto ocurra, una luz verde estará parpadeando indicando que la bomba esta lista.
4. Cuando finalice el paso anterior aparecerá en la pantalla el comando “001: Heating off”; con las flechas de mando ubicadas en la parte baja de la pantalla se elige el comando “398: Actual Spd”, el cual indicará la velocidad actual de la bomba en revoluciones por minuto (rpm).
5. La bomba se encuentra lista para operar, se puede encender mediante el botón de paro/encendido que está ubicado en la parte baja de la luz de destello verde.
6. Al presionar el botón de paro/encendido, la velocidad de la bomba incrementa gradualmente hasta llegar al máximo de revoluciones de 90000rpm, lo cual ocurre en un tiempo de  $\pm 2$  minutos, si el sistema se encuentra bien sellado.
7. Cuando encienda una luz roja con destello significa que ocurrió un problema o algún error. Si esto ocurre, lo primero que se debe hacer es presionar el botón de paro/encendido para detener inmediatamente la bomba.

### 2.5.3 Metodología para enmascarar una membrana plana

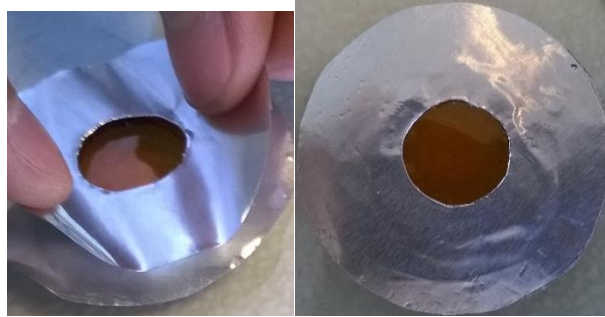
El enmascarado en una membrana es delimitar el área de transferencia de masa para la medición de la permeabilidad. Previo a enmascarar una membrana, se le debe someter al tratamiento térmico adecuado de acuerdo al procedimiento de síntesis.

Para enmascarar la membrana, se usa una cinta adhesiva de aluminio con dos círculos de 4.7 cm de diámetro, en la que se hace un círculo al centro con un suaje para reducir los defectos de circunferencia en el mismo, tal como se muestra en la Ilustración 4. Se pega a la membrana en cada cara una de las cintas adhesivas de aluminio cuidando que el área de permeación, que es el círculo central, quede completamente libre en ambas caras.



**Ilustración 4 Proceso de enmascarado de una membrana: a) marcado de la circunferencia en la cinta adhesiva, b) cinta adhesiva lista para pegarse en las caras de la membrana.**

Finalmente, con una espátula metálica se presiona la cinta adhesiva en ambas caras de la membrana de adentro hacia afuera para eliminar las burbujas de aire atrapadas en el diámetro externo del enmascarado de la membrana, como se muestra en la Ilustración 5. Una vez realizada esta operación, se debe estirar bien el aluminio de manera que no queden arrugas ni bordes o burbujas de aire dentro de ambas caras de aluminio para evitar fugas e imperfecciones en el enmascarado al aplicar vacío en la membrana.



**Ilustración 5 Pegado de la cinta adhesiva a la membrana y aspecto final del enmascarado**

#### 2.5.4 Metodología para el montaje de la membrana en el módulo de permeación

Para montar la membrana en el módulo de permeación, primero es necesario verificar que el módulo de permeación se encuentre libre de impurezas o trazas que afecten a la membrana o al área de transferencia de masa. Se pone una resina epóxica comercial de manera uniforme en el contorno de la parte baja del módulo cuidando de no manchar la zona de permeación. Se coloca la membrana enmascarada sobre la resina epóxica y se presiona la orilla del enmascarado para pegarla en el módulo distribuyendo la resina de adentro hacia afuera.

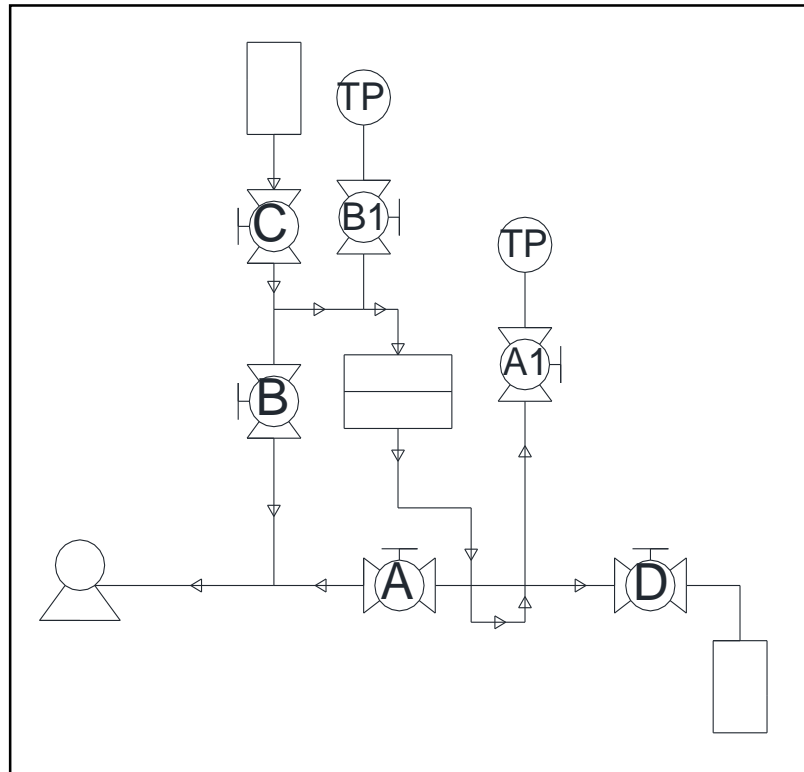
Se deja secar la resina de 20 a 30 minutos y abierto el módulo de permeación se somete a vacío en la zona baja. Esta operación permite detectar fugas en el enmascarado de membrana colocado en el módulo de permeación. La lectura de presión en la zona de baja presión debe ser menor a 1 torr.

Posteriormente, se coloca la parte superior del módulo y el sistema se somete a vacío a temperatura constante durante 12 horas.

#### 2.6 Procedimiento operacional del sistema de permeación

La operación del sistema de permeación se realiza conforme al diagrama de proceso mostrado en la Ilustración 6, donde se incluye la nomenclatura usada. La alimentación del gas se realiza a partir del reservorio 1 de alta presión. Se coloca una válvula a la salida del

reservorio, y la corriente se alimenta al módulo de membrana. Se coloca un transductor de presión en la zona de entrada del gas, así como otro a la salida del módulo. El sistema cuenta con un sistema de desvío de la corriente para hacer vacío en la línea, tanto en la zona alta como en la de baja presión. A la salida del módulo, el sistema cuenta con un reservorio para el almacenamiento del gas permeado.



**Ilustración 6. Diagrama del sistema de permeación**

**A:** Válvula para vacío en la zona baja del sistema

**B:** Válvula para vacío en la zona alta del sistema

**A1:** Válvula para transductor de baja presión

**B1:** Válvula para transductor de alta presión

**C:** Válvula de bala de alimentación del gas

**D:** Válvula de bala de recepción de permeado

**TP:** Transductor de presión

Para operar el sistema de permeación se debe hacer lo siguiente, en el orden indicado:

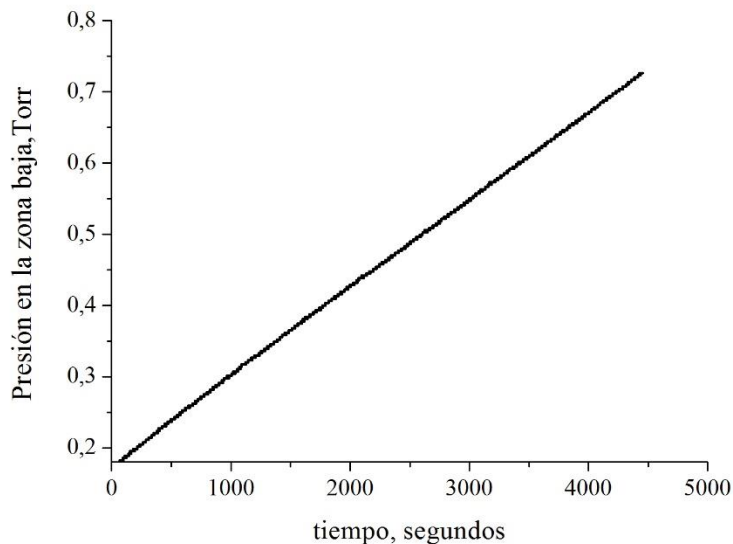
1. Una vez cerrada la puerta del módulo de permeación se debe encender el horno y el ventilador verificando que la temperatura del horno se mantenga a temperatura constante de 30°C.
2. Se pone en marcha la bomba de vacío Hi Cube y el controlador de presión PR4000B MKS.
3. Alrededor de 60,000 rpm de velocidad de la bomba, se abren las válvulas A, B y C, manteniendo las válvulas A1 y B1 cerradas. Este paso debe hacerse lentamente, dado que la bomba disminuirá su velocidad.
4. Cuando la línea de alimentación esté completamente desgasificada, se carga el gas a una presión conocida manteniendo la válvula C del permeador cerrada.
5. Una vez cargado el gas de alimentación a una presión conocida, se mantiene el horno a temperatura constante, con las válvulas A y B abiertas, y vacío dinámico durante 12 horas para desgasificar el sistema de permeación con la membrana.
6. Cuando se alcanza el estado estacionario en vacío dinámico, se cierran las válvulas A y B. Se detiene la bomba de vacío y se registran los datos de presión en la zona baja del sistema, durante aproximadamente 2 minutos, para calcular la velocidad de pérdida de vacío.
7. Posteriormente, se abre la válvula C para alimentar el gas a la zona alta del sistema de permeación. En este momento inicia la recolección de datos de incremento de la presión en la zona baja en función del tiempo.
8. Cuando se alcanza el estado estacionario en presión, se cierra la válvula C de alimentación del gas y se hace vacío en la zona de baja presión, abriendo la válvula A.
9. Una vez que se evacúa la zona baja hasta una presión similar a la inicial, se cierra la válvula A y se repite el experimento de permeación, a partir del paso 7.

## **2.7 Pruebas de fugas**

Una vez armado el sistema de permeación, se hicieron las pruebas de vacío, para verificar que el sistema se encuentra perfectamente sellado. Las pruebas se realizaron separando la

zona de alta presión de la zona de baja presión. Para ello, se montó en el módulo una membrana impermeable, es decir, completamente cubierta con aluminio.

Una vez cargada la membrana impermeable, la zona baja del sistema de permeación fue sometida a vacío, alcanzando una presión de 0.001 torr. Esto fue posible dado que se encontraba bien sellado. En primera instancia, se mantuvo vacío dinámico en el sistema, es decir, con la bomba en marcha. Posteriormente, se cerró la válvula A y se mantuvo en vacío estático la zona baja del sistema de permeación. La velocidad de pérdida de vacío fue de  $1.5 \times 10^{-5}$  Torr/s. Este dato, es comparable con lo reportado en la literatura [17], y garantiza la correcta operación del equipo. En la **Figura 12** se muestra la gráfica del incremento de presión en la zona de baja presión en función del tiempo. Los valores de incremento de la presión en la escala son del orden de  $1 \times 10^{-5}$  Torr/s.



**Figura 12. Diagrama de presión en función del tiempo para determinar la velocidad de pérdida de vacío  $\Delta P / \Delta t$**

Dado que el sistema opera con gases, es importante determinar el volumen de manera exacta mediante el método de expansión de gas, con objeto de reducir los errores en el cálculo de la permeabilidad. En la zona de baja presión se recibe el gas de permeado, por lo

que es indispensable conocer el volumen de dicha cámara. Ésta incluye a partir de la superficie inferior de la membrana, a la tubería, las conexiones, el espacio del transductor de presión y las válvulas, y se denomina primera sección de recepción del permeado. Es posible considerar un segundo volumen de recepción de permeado, al incluir el reservorio designado para tal función. Es decir, se cuenta con dos volúmenes que deben determinarse experimentalmente.

Para esto, se usa una membrana impermeable en el módulo de membrana. Para determinar el volumen de cualquiera de las secciones se conecta a la línea un reservorio de calibración, mediante una válvula. Se carga un gas a una presión conocida, y luego se abre la válvula para expandir el gas a toda la línea. Se lee la presión de expansión y se registra el dato. Posteriormente, se introduce en el reservorio de calibración, un cilindro metálico de dimensiones conocidas, en este caso, de 7.82 mm de diámetro por 50.5 mm de largo, que tiene un volumen de 2.4254 cm<sup>3</sup>. Se carga el gas a la misma presión que en el experimento base, sin el cilindro. Se abre la válvula y se expande el gas a la zona de interés. Con estos datos, se calcula el volumen, usando la Ecuación 7.

$$V_2 = \frac{V_{Cilindro} \left( \frac{P_4}{P_3} - 1 \right)}{\left( \frac{P_4}{P_3} - \frac{P_2}{P_1} \right)} \quad \text{Ecuación 7}$$

Dónde:

$P_1$  = Presión del reservorio de calibración

$P_2$  = Presión del gas expandido a la zona de interés

$P_3$  = Presión del reservorio con el cilindro metálico de calibración

$P_4$  = Presión del gas expandido a la zona de interés con el cilindro metálico de calibración

El volumen de la primera zona de recepción de permeado fue de 15.4431 cm<sup>3</sup> y el volumen incluyendo el reservorio de recepción de permeado fue de 45.3139 cm<sup>3</sup>, ambos medidos a temperatura de 25 °C. Estas mediciones se realizaron por triplicado, para eliminar el error experimental.

## **2.9 Consideraciones finales para la operación del sistema de permeación**

Al poner en funcionamiento el sistema de permeación pueden surgir algunos problemas comunes. Es importante evitarlos para proteger el equipo de alguna avería. Para ello, se deben tomar en cuenta ciertas consideraciones.

1. Cuando se enmascara la membrana y se coloca en el módulo de permeación se somete a prueba de vacío. Se debe leer una presión menor a 1 torr sin cerrar el módulo de membrana. La velocidad de succión de la bomba debe ir incrementando constantemente. Si la membrana se encuentra mal colocada o está mal pegada en el módulo, la presión será mayor a 1 torr y la velocidad de succión de la bomba aumentará lentamente. En condiciones normales, la bomba alcanza el máximo de velocidad en 2 minutos. De no ser así, se debe detener la bomba, cerrar las válvulas y verificar el sellado de la membrana. Usualmente, se coloca un poco más de resina en el exterior del enmascarado, cuidando de no dañar el área de permeación. Si después de realizar esta operación, se sigue teniendo el mismo problema, entonces es posible que el enmascarado esté dañado, o la membrana esté mal colocada en el enmascarado, o la membrana es porosa y no es posible determinar su permeabilidad mediante ésta técnica.
2. Una vez que el módulo de permeación se encuentra cerrado, y listo para determinar la permeabilidad, puede ocurrir un problema al abrir la válvula C de alimentación del gas. Un problema común es un sobreflujo en la zona de baja presión, que incrementa la lectura del transductor hasta saturación. Esta operación es peligrosa, porque puede dañarse el transductor por un golpe de presión. Los factores más comunes para que el sobreflujo en esta zona se presente son los siguientes:
  - a) La membrana está mal enmascarada.

- b) La membrana está rota.
- c) El módulo de permeación no está bien sellado.

En cualquiera de estas situaciones, es necesario abrir el módulo de la membrana, verificar el estado de la membrana, y de ser necesario, desmontar la membrana y verificar el enmascarado.

**CAPÍTULO III**

**DETERMINACIÓN DE**

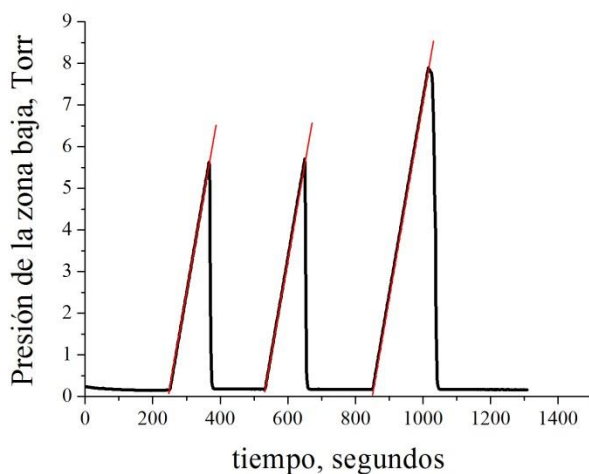
**PERMEABILIDADES**

---

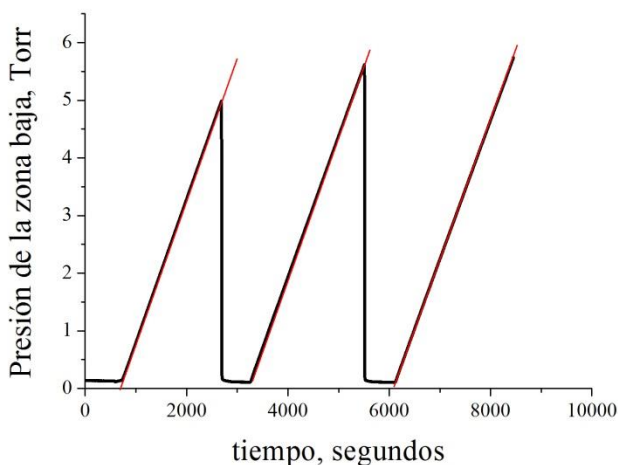
**CAPÍTULO III MEDICIÓN DE PERMEABILIDADES**

Con objeto de validar el sistema construido, se determinó la permeabilidad de una serie de membranas experimentales, sintetizadas en el laboratorio de Membranas y Materiales Poliméricos. Se permearon 7 membranas de composición diferente, todas ellas a base de poliimidas. Se realizaron las permeabilidades a los siguientes gases:  $N_2$ ,  $H_2$ ,  $CH_4$  y  $CO_2$ .

A partir del gráfico del incremento de la presión en función del tiempo se determinó el tiempo característico de permeación, las rectas generadas se determinaron gráficamente como se indica en la **Figura 13**. Esta figura muestra el comportamiento que observa el  $H_2$  en la mayoría de las membranas evaluadas, donde la poca inclinación de las rectas se asocia a una rápida permeación del gas. En este caso el transductor de baja presión alcanza rápidamente la saturación, aproximadamente en 7 minutos. En estos casos, fue necesario usar el segundo volumen de recepción de permeado, que es el reservorio R2 del diagrama DTI de la **Figura 10**. Es importante detener el experimento antes de saturar el transductor de presión, dado que los fuertes incrementos de la presión podrían llegar a dañarlo. Como se mencionó anteriormente, en caso de que la membrana se rompiera durante el experimento de permeación, se cuenta con una válvula antiretorno para proteger el transductor. No obstante, el incremento sistemático de la presión por una membrana que permea demasiado rápido debe cuidarse durante la realización del experimento. Por otra parte, en la Figura 14 se muestra el caso de la permeación de  $H_2$  con una membrana menos permeable, donde el estado estacionario se alcanza alrededor de 45 minutos antes de saturar el transductor. Estos resultados ilustran las diferentes condiciones de operación del permeador con un mismo penetrante.



**Figura 13. Incremento de la presión en función del tiempo usando la membrana 6FDA-6FPA-DAP-90-10 con H<sub>2</sub>.**

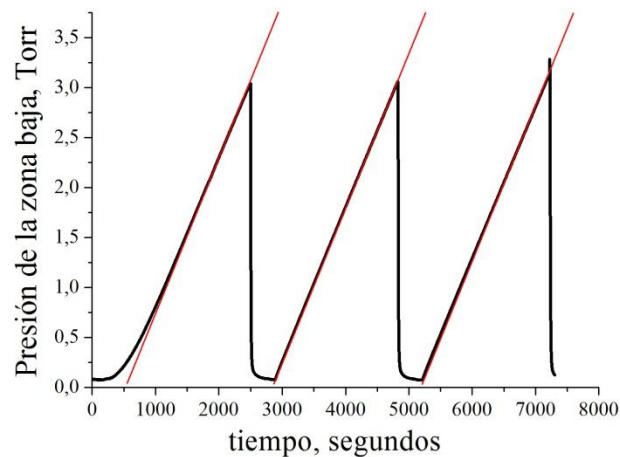


**Figura 14. Diagrama de presión en función del tiempo con la membrana DAPM-FDA, al permear H<sub>2</sub>.**

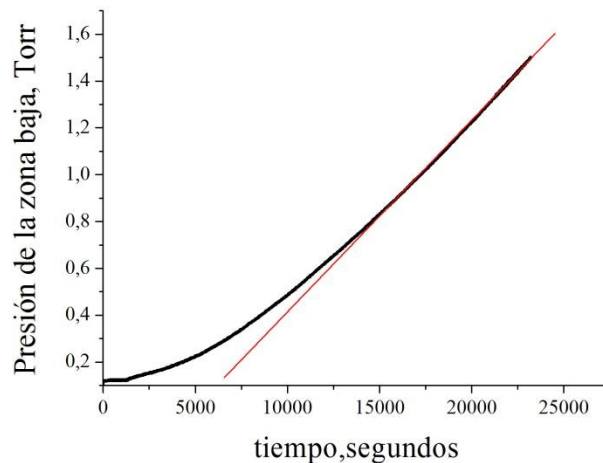
En la **Figura 15** se observa que el tiempo aproximado para alcanzar el estado estacionario es de alrededor 42 minutos sin saturar el transductor de presión usando N<sub>2</sub> como gas penetrante. Este comportamiento se observa de igual manera, cuando se permean gases como CH<sub>4</sub> o CO<sub>2</sub>. El tiempo de permeación depende de las características de la membrana, no obstante, los gases como N<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> y CO<sub>2</sub> permearon en un tiempo cercano a una hora, y en algunos casos más. Es importante considerar este comportamiento con objeto de detener

el experimento antes de saturar el transductor de presión, pero garantizando que la permeación alcanza el estado estacionario. Asimismo, las mediciones se realizaron sistemáticamente por triplicado, lo cual determina el tiempo de operación del permeador.

En la **Figura 16**, el tiempo necesario para alcanzar el estado estacionario fue de 7 horas usando  $N_2$  como gas penetrante. Es importante destacar que el sistema se comportó estable durante el tiempo que duró la medición, sin la aparición de fugas de presión.



**Figura 15. Diagrama de presión en función del tiempo de la membrana con formulación 6FDA-6FPA-DAP-80-20 con  $N_2$ .**



**Figura 16. Diagrama de presión en función del tiempo de la membrana con formulación DAPM-FDA con  $N_2$ .**

### 3.1 Metodología de cálculo de la permeabilidad mediante el método de tiempo de retardo

El cálculo del coeficiente de permeabilidad  $P$  en las membranas mediante el método de tiempo de retardo se calcula una vez alcanzado el estado estacionario cuando el valor de la pendiente de la recta es constante. Para este cálculo se utiliza la Ecuación 3, donde  $B$  es la pendiente de la recta que es la velocidad del incremento de la presión en función del tiempo en torr/seg,  $V$  el volumen en la zona baja ya determinado como  $15.4431 \text{ cm}^3$  para la primera zona de recepción o de  $45.3139 \text{ cm}^3$  para la zona baja incluyendo el reservorio de recepción de permeado, el área de permeado determinada en  $\text{cm}^2$ , la constante  $K$  que es el cociente entre el volumen de la zona de baja presión y el área de permeado,  $L$  que es el espesor de la membrana en cm que será diferente de acuerdo al tipo de membrana,  $T$  la temperatura de trabajo de  $30^\circ\text{C}$  y la  $p_1$  que es la presión en la zona alta en cmHg.

Posteriormente se hace la sustitución en la Ecuación 3 y se obtiene un resultado el cual debe ser convertido a las unidades correspondientes de permeabilidad, estas unidades se encuentran en barreras y para ello el resultado obtenido debe ser multiplicado por el factor  $1 \times 10^{10}$  para obtener el resultado correspondiente de permeabilidad.

La Tabla 1 resume los datos de permeabilidad calculados a partir de las mediciones de presión en el permeador. Los datos son reproducibles, dado que la pendiente de las figuras mostradas anteriormente fue constante. Los datos reportados indican que la permeabilidad de las membranas es alta, en la mayoría de los casos, en relación a la membrana comercial Matrimid. [18] Por otra parte, las permeabilidades varían en función de los diámetros cinéticos de los penetrantes invariablemente:  $\text{H}_2$  (2.89 Å) >  $\text{CO}_2$  (3.3 Å) >  $\text{N}_2$  (3.64 Å) >  $\text{CH}_4$  (3.8 Å). Esto indica que el sistema de permeación logra cuantificar las variaciones de presión en el orden reportado en la literatura para estos gases. La discusión del comportamiento de la permeabilidad en casos particulares corresponde a los criterios de formación de las membranas.

**Tabla 1. Permeabilidad determinada a partir de datos del permeador**

Formulación	Permeabilidad [Ba]			
	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	CO <sub>2</sub>
DAPM-FDA	4	63	16	23
DAPM-6FPA	13	148	148	144
6FDA-FDA	179	1947	118	730
100/100	10	414	8	136
90/10	14	441	5	129
80/20	12	449	5	88
70/30	13	116	34	69
Matrimid	0.27	-	0.24	8.7

---

# CONCLUSIONES

## CONCLUSIONES

Se realizó el diseño de un sistema de permeación isocórico para membranas planas, que opera a condiciones de alto vacío. La representación esquemática del proceso de permeación se realizó por medio de diagramas. Entre estos, se incluyó el DTI que muestra la interconexión de los elementos del proceso, así como permite conocer la ubicación y función de las piezas del sistema de permeación con el fin de identificarlas físicamente y espacialmente con mayor facilidad.

Es importante destacar, que cada uno de los accesorios y los instrumentos usados en la construcción de la línea de separación, son de un alto costo, por lo que la operación segura de cada uno de ellos, de acuerdo a lo establecido en este trabajo cobra especial importancia. Para ello, se investigaron y reportaron las características de los materiales que garantizan el vacío en la línea de separación, y se generaron las hojas de datos de cada uno de los accesorios. Además, se desarrollaron las metodologías de operación de los de los equipos e instrumentos usados en la línea de separación y para la operación general del permeador. Fueron hechas pruebas de fugas y se obtuvo un dato que es comparable con lo reportado en la literatura y garantiza la correcta operación del equipo, de esta forma es posible considerar que se puede controlar el vacío en el sistema.

El sistema de permeación reportado en este trabajo, aborda la parte de diseño y construcción del mismo. Esto ha permitido validar que el diseño es apropiado, mediante las pruebas de permeabilidad de membranas planas reportadas.

El permeador construido, permite determinar la permeabilidad de membranas planas a partir de una presión de vacío de 0.03 Torr hasta 10 Torr, usando dos volúmenes para la recepción de permeado, si fuera necesario. Adicionalmente, el sistema permite trabajar a presión de alimentación de 1 a 25000 torr (0.019 psi a 483 psi).

---

**BIBLIOGRAFÍA**

---

- 1 Pereira Nunes S., Peinemann K. V., Membrane Technology in the Chemical Industry, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, 340 (2006)
- 2 Wankat P. C., Ingeniería de procesos de separación, Pearson Educación, México, 558 (2008) 573-579
- 3 Pinnau I., Freeman B. D., Membrane formation and modification, American Chemical Society, (2000)
- 4 Galicia, JA; Campante, MA; Ciencia, ingeniería y sustentabilidad ambiental, un enfoque disciplinario (Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, 2014) pag 7-9
- 5 Horas J., Garis E., Anson M., Marchese J., Difusión, Permeación y Time Lag de gases a través de membranas poliméricas en estado vítreo, ANALES AFA Vol.14,126, (2002)
- 6 Cao C., Wang R., Chung T. S., Liu Y., Formation of high-performance 6FDA-2,6-DAT asymmetric composite hollow fiber membranes for CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> separation, Journal of Membrane Science, 209 (2002) 309–319
- 7 Liu Y., Feng X., Lawless D., Separation of gasoline vapor from nitrogen by hollow fiber composite membranes for VOC emission control, Journal of Membrane Science, 271 (2006) 114–124
- 8 Shao L., Chung T. S., Goh S. H., Pramoda K. P., Polyimide modification by a linear aliphatic diamine to enhance transport performance and plasticization resistance, Journal of Membrane Science, 256 (2005) 46–56
- 9 Moore T., Damle S., Williams J.P., Koros W.J, Characterization of low permeability gas separation membranes and barrier materials; design and operation considerations, Journal of membrane science (2004) 228, 227-231
- 10 Mohammadi A. T., Matsuura T., Sourirajan S., design and construction of gas permeation system for the measurement of low permeation rates and permeate compositions, Journal of membrane science (1995) 98, 281 – 286
- 11 Damle S., Koros W.J., Permeation equipment for high – pressure gas separation membranes, Ind. Eng. Chem. Res. (2003) 42, 6389 – 6395
- 12 Sanchez, G.J. Mourgues, A.C. Equipment and system for processing a gaseous mixture by permeation. FR. 376383 (2011)

- 13 Bikson, B. Giglia, S. Método para la separación de gases utilizando un cartucho de membrana permeable de fibras huecas enrolladas helicoidalmente. ES. 2 045 318, B01D53/22 (1990)
- 14 Swagelok Company 2015 <http://www.swagelok.com.mx/products.aspx>, Última fecha de consulta: 21 de abril de 2015
- 15 Productos Merck Millipore 2015 <http://www.merckmillipore.com>, Última fecha de consulta: 21 de abril de 2015
- 16 Mks Technology for Productivity <http://www.mksinst.com>, Última fecha de consulta: 21 de abril de 2015
- 17 Lin W. H., Vora R. H., Chung T. S., Gas Transport Properties of 6FDA-Durene/1,4-phenylenediamine (pPDA) Copolyimides, Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics, 38, (2000) 2703–2713
- 18 Armarego, WLF, Chai, CLL; Purification of Laboratory Chemicals, Elsevier Butterworth Heinemann, (2003) pag 34