

CAPITULO CINCO

DISEÑO DE COLUMNAS DE ADSORCION

V.- DISEÑO DE COLUMNAS DE ADSORCIÓN

5.1- Programa de Evaluación

5.1.1- Revisión de Datos preliminares.

Antes de comenzar la prueba del programa, debe realizarse un inventario de los constituyentes en las aguas residuales con una evaluación ordenada de los probables contaminantes los cuales se espera sean removidos por el carbón activado.

Deberán usarse amplias normas en esta evaluación preliminar, los componentes orgánicos, los cuales caen dentro de los siguientes categorías, son generalmente consideradas altamente adsorbida por el carbón activado:

- a) Compuestos con pesos moleculares mayores que 100 y menores que 1000
- b) Compuestos aromaticos y aromaticos sustituidos.
- c) Compuestos halogenados - a mayor número de átomos de halógenos, mayor afinidad para la adsorción.
- d) Aceites solubles y grasas (extracciones de freón).
- e) componentes solubles que imparten color.
- f) ABS surfactantes (arilbencensulfunato).
- g) Compuestos con solubilidad acuosas menores que el 5 %
- h) Anillos y compuestos insaturados con más de cuatro átomos de carbonos.

Sobre la complementación del inventario preliminar de componentes orgánicos, se recomienda hacer una determinación del grado de remoción requerido para cada uno de las corrientes en orden de aparición de los objetivos del efluente. Después, las corrientes para las cuales el carbón se considera que puede ser seleccionado. De esta manera se incluirán únicamente aquellas corrientes que contienen componentes capaces de adsorberse, para futuras investigaciones.

5.1.2- Variables de las Pruebas de Isotermas

Teniendo definido los resultados del estudio y seleccionadas las corrientes residuales apropiadas, debe establecerse el programa de investigación para determinar el empleo favorable del carbón activado.

El primer paso involucra las pruebas por lotes de isotermas en el cual las muestras representativas se prueban para adsorbabilidad relativa. El uso efectivo de esta herramienta de laboratorio es importante para utilizar eficientemente los fondos de estudios y el tiempo. Ampliando los resultados de las isotermas puede reducirse el número de posibilidades, las cuales requieran pruebas pilotos dinámicas, a un mínimo. Esto requiere que las isotermas sean conducidas de alguna manera la cual permita la evaluación de las siguientes variables para algún parámetro dado.

- 1)_ pH
- 2)_ Temperatura
- 3)_ Tipo de carbón
- 4)_ Pretratamiento
- 5)_ Dosis de carbón/cantidad de muestra
- 6)_ Tiempo de contacto

Como discusión previa, el parámetro de referencia para todo carbón para pruebas isotérmicas debe ser TOC (carbón orgánico total). Si no están disponibles los recursos para efectuar prueba del TOC, puede sustituirse por COD como indicador de referencia de la remoción de orgánicos específicos. Adicionalmente, algún número de análisis deben ser apropiadas para una aplicación particular, incluyendo APHA o densidad óptica y unidades de color, fenólicos, BOD₅, aceites y grasas, y/o algunos de los cientos de especies orgánicas relevantes dadas en el agua residual.

En la preparación para cada una de las pruebas isotérmicas, el pretratamiento para la separación de sustancias inmiscibles asegurará la interpretación de los resultados de adsorción para la materia soluble únicamente. Adicionalmente, las condiciones para cada prueba isoterma deben ser seleccionadas, incluyendo pH y temperatura.

El tipo de carbón usado para la prueba de isoterma debe ser de grado comercialmente disponible de carbón virgen (reactivado si es posible) (carbón en polvo o pulverizado GAC), para el cual la información esté disponible, concerniente a pérdidas por atracción y restauración de actividad después de la reactivación

térmica.

Esta aproximación permite designar el uso adecuado y factores comerciales obtenidos en la evaluación de la factibilidad económica de la adsorción del carbón, incluyendo los efectos de exhaustión cíclica/reactivación. Este no repercute en la prueba con otros carbonos pero provee al diseñador con más bases realistas de la evaluación de los aspectos económicos de la adsorción del carbón contra otras unidades de procesos.

Finalmente, las isotermas seleccionadas pueden ser conducidos con varias dosis de carbón y volúmenes de muestras. Se pueden obtener resultados satisfactorios mediante las siguientes normas para aguas altamente contaminadas: deben ser emplearse pequeños volúmenes de muestras y gran número de dosis de carbón; lo contrario es generalmente aplicable a muestras con poca concentración de contaminación, tal como una efluente convencional secundario. Es también importante la consistencia de las dosis seleccionadas para las isotermas de algunas muestras de aguas sucias bajo diferentes condiciones.

5.1.3- Procedimiento Para las Pruebas de Isotermas

Prescindiendo de las condiciones y parámetros seleccionados para una isoterma, el procedimiento de prueba del laboratorio es fundamentalmente el mismo. Se usan generalmente de seis a once volúmenes iguales o alícuotas de aguas sucias para cada isoterma. Los volúmenes en el rango de 100 a 1000 mls. Son los típicamente usados. Sin embargo, si se han corrido numerosas pruebas para cada filtrado, se requerirán mayores volúmenes de muestras. Para aguas sucias industriales con niveles de TOC mayores de 250 mg/lit, se sugiere 100 ml de alícuota. El número de alícuotas seleccionado establecerá el número de puntos, los cuales se representarán gráficamente para su interpretación. El gran número de puntos proporcionará mayor grado de confiabilidad en la interpretación.

No hay reglas precisas para seguir en la selección en la dosis de carbón. Sin embargo, este debe ser organizada de forma que los resultados sean interpretados en un diagrama logarítmico de concentración contra la capacidad de los contaminantes dados

como se observa en la figura 5.1 ; por consiguiente, la dosis deben ser seleccionadas, lo cual produce una clara distribución de los puntos en la gráfica. Para aguas sucias industriales con un TOC de concentración de 1000 mg/lt, por ejemplo, la isoterma se lleva a cabo con los siguientes pesos del carbón en gramos por 100 ml de alicuota.

Control

0.05
0.10
0.25
0.35
0.50
1.00
2.00
5.00
10.00
20.00

Es importante reconocer el gran énfasis que se ha hecho sobre la dosis de 1.0 gr/mlt o menos por razones de selección natural de la adsorción, lo cual es comunmente referido a la adsorción preferencial. Mas detalles de discusión sobre esta materia se verán después.

Una vez que las dosis han sido seleccionadas, las condiciones de la prueba de la isoterma debe ser establecida incluyendo pretratamiento, ajuste de pH, temperatura y duración de agitación; inmiscibles, tales como aceites libres flotantes y materia densa suspendida, debe ser removida antes de que haga contacto el agua sucia con el carbón, para reducir la posibilidad de interferencia de impurezas. Así, los resultados de la isoterma verdaderamente reflejaran el removimiento de las sustancias orgánicas disueltas. Es muy necesario para el tratamiento químico del agua sucia remover preminentemente la materia coloidal antes de iniciar la isoterma. Generalmente la materia coloidal adsorbe pobremente sobre el carbón activado.

Una nota de precaución debe ser colocada en este punto. Si los constituyentes orgánicos en el agua sucia son tóxicos, peli-

grosos o volátiles en naturaleza, deben ser practicados con mucha precaución con el fin de evitar exposiciones personales a vapores tóxicos, líquidos peligrosos, y minimizar las pérdidas de materia volátil. La última de ésta, podría causar error significativo en la interpretación de resultados con respecto al agua sucia representativa de la muestra. Si el original de la muestra o estos constituyentes son desconocidos, es considerada una buena práctica manipular el agua sucia como si esta fuera peligrosa en naturaleza. Guantes protectores y vestimentos cubiertas para cara y ojos y control adecuado de la ventilación se recomiendan como medida de seguridad. Este también pertenece al dispositivo para muestra no habitual.

En términos de procedimientos analíticos todo esfuerzo debe ser hecho para minimizar la pérdida de volátiles. Esto requiere recipientes especiales para muestra y/o procedimientos de manejo. Desde un punto de vista práctico, a menos que los resultados de volatilidad de la manipulación o es inducido por los procedimientos analíticos de prueba, la volatilidad inherente también debe ser confrontada en un sistema de escala o los controles de emisión requieren una parte de la colección o pretratamientos. Hasta ahora, los efectos potenciales deben ser explorados en avance si es posible.

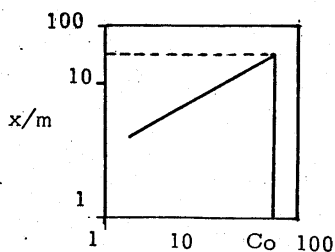


Figura 5.1 Isoterma típica: fase simple

Siguiendo el pretratamiento, la suma de las prepesadas de polvo o carbón granular pulverizado se añaden a las alícuotas,

excluyendo el control de muestras. Los recipientes para las muestras, (los frascos erlenmeyer son comunmente usados), deben de minimizar las perdidas de liquidos y vapores durante la agitación.

Generalmente se usa un agitador wrist-type para este proposito. La agitación quizás no sea necesario en aceites minerales o baño de agua si se especifica una temperatura elevada. Un periodo de agitación de dos horas es generalmente suficiente para la mayoría de muestras de aguas sucias. Si se encuentra un gasto con una alta viscosidad, se utiliza un tiempo de agitación adicional.

Enseguida de la agitación, las muestras son filtradas a través de un medio en el cual permita la separación del carbón del agua sucia tratada. Un filtro membrana de 0.45 micras es muy efectivo para este proposito, ya que no deja pasar el carbón fino. Los filtrados se analizan para los parámetros seleccionados. Cada análisis de filtrado representa un solo punto en una isoterma para un parámetro dado. Numerosos parámetros pueden ser empleados para determinar la adsorción relativa de algún componente comparado con otros componentes medibles.

5.1.4- Interpretación de los Resultados de Isotermas

Dado que la isoterma es construida con pruebas por lotes, los efectos de las condiciones dinámicas no pueden ser determinados.

Sin embargo, utilizando una herramienta para filtrar, una apropiada planeación y ejecución de las series de isotermas, se puede estimar lo siguiente:

- a)_ Capacidad del carbón y velocidades de agotamiento asociadas.
- b)- Grado de removimiento basados en los objetivos del efluente deseados.
- c)_ Adsorción preferencial de los grupos de componentes y los rangos de concentración en la fase en que ocurran los cambios.
- d)_ Comparación de los diferentes tipos de carbón para las aguas sucias dadas.
- e)_ Efectos de las propiedades específicas del agua sucia (pH, temperatura, etc.) en la adsorción sobre carbón.

Las figuras 5.1 al 5.6 son ejemplos de isotermas típicas.

Fracciones específicas de estas se discutirán después. Los datos de adsorción del laboratorio han sido graficados en una coordenada logarítmica como peso de la especie orgánica adsorbida por peso de carbón, x/m , contra la concentración orgánica presente en el agua sucia, C . Hasta ahora cada punto de los datos representa una distribución de equilibrio de las especies orgánicas entre la adsorción en el carbón y la solución en agua. Aunque esto es deseable para identificar cada especie orgánica en el agua sucia y construir la isoterma específica, esto no es posible practicar lo seguido. Por eso, un parámetro semejante a TOC, COD, color, etc. es muy seguido utilizado para representar el removimiento orgánico y concentración. Una convención común es expresar x/m en miligramos TOC por gramos de carbón y C en miligramos TOC por litro.

Este tipo de presentación de datos es una isoterma de Freundlich, una derivada empírica aproximada sólo por los solutos en el agua. Una alternativa es la isoterma de Langmuir, la cual tiene bases teóricas para su desarrollo. Sin embargo, la isoterma de Freundlich es el estándar, la cual es utilizada y aceptada en los estudios de adsorción de carbón.

En la examinación de las figuras 5.1 a la 5.6 revelan cuatro características de las isotermas; la $(x/m)_0$ de intercepción, una porción de línea recta, puntos de discontinuidad, y porción curva.

La interpretación de las características nos da la información necesaria para la evaluación de la adsorción para el carbón dado y aplicado en el agua sucia.

Los puntos de discontinuidad indican cambios en las fases de adsorción. El término "fase" es utilizado aquí, no para indicar estados físicos, pero representan cambios en las características de adsorción. Esto ocurre más comúnmente en los resultados de los diferentes especies orgánicas con diferentes adsorbabilidades en el agua sucia. Como unas especies, las cuales dominan la forma o figura de la isoterma, son completamente adsorbidas, otras especies que quedan en solución muestran estas características de adsorbibilidad en la curva de la isoterma (o esquema) y los cambios

repentinos reflejan la nueva adsorptibilidad. Por conveniencia y porque hay muy seguido insuficiencia de puntos en esta región, el cambio de fase es representado por la intersección de dos porciones rectas de la isoterma. En la realidad es una curva pequeña.

Las curvas aparecen en las isotermas por muchas razones. Primera, una curva aparecera en la transición entre la ultima capacidad del carbón (línea horizontal) y una línea recta separada por una porción de adsorción (línea de descenso). Segundo, una curva puede existir por la transición entre dos fases distintas de adsorción. Tercero, una curva refleja la presencia de un componente no adsorbible en la solución despues de que todos los componentes han sido adsorbidos (línea descendente a línea vertical). Finalmente los componentes específicos de las aguas sucias pueden ser tales que ninguno de ellos dominen las características aparentes de adsorción. Los resultados que componen las isotermas pueden ser una curva.

La mayoría de los datos determinan la figura de la isoterma de acuerdo al número de compuestos en solución, las contribuciones relativas para el total de TOC, el grado de competición de la mezcla de solutos por sitios de adsorción y características del carbón específico. El número de isotermas es claramente inmenso. Si los errores y la exactitud relativa de los equipos analíticos usados para la colección de datos isotérmicos son tambien tomados en consideración, la interpretación de estas isotermas puede ser una tarea difícil.

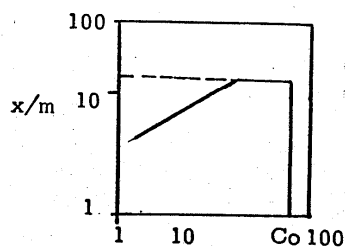


Figura 5.2 fase sencilla con concentración alta

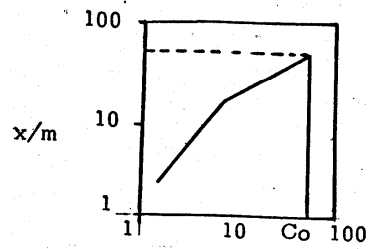


Figura 5.3 Isoterma típica: dos fases I

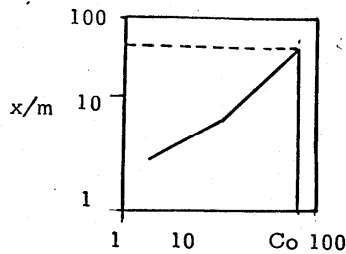


Figura 5.4 Isoterma típica: dos fases II

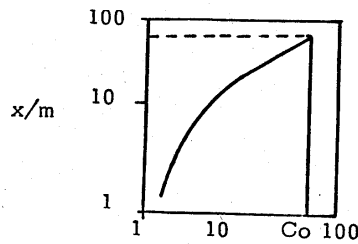


Figura 5.5 Isoterma típica: dos fases, una inadsorbable

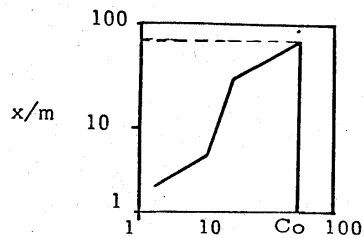


Figura 5.6 Isoterma típica: tres fases

5.2.- Ecuaciones de Diseño.

$q = KF Co^{1/n}$
 $TSOLU = VT \times CO \times 0.001$
 $SOLUAD = (TA \times 24 \times 60) \times TSOLU$
 $PCM2 = SOLUAD / (QO \times GS)$
 $Z = PCM2 / ROS$
 $ZA = (1 - GS) \times Z / FA$
 $VB = VT \times TA \times 24 \times 60$
 $NTCOL = NTCOL + 1$
 $FDC = FD / NTCOL$
 $VTR = FDC \times TA$
 $AT = VTR / VB$
 $DC = SQR (AT \times 4 / 3.1415926)$
 $PCT = PCM2 \times AT$

5.2.1.- VARIABLES UTILIZADAS EN EL DISEÑO

Variables:

$TSOLU$ = Tasa de soluto (KG/MIN-M2)
 $SOLUAD$ = Solute adsorbido (KG/M2)
 $PCM2$ = Peso de Carbón por metro cuadrado (KG)
 Z = Altura de la columna (MTS.)
 ZA = Zona de adsorción (MTS.)
 VB = Volumen tratado (MTS. CUBICOS)
 VTR = Volumen en TA días (MTS. CUBICOS)
 AT = Area de sección transversal (MTS. CUADRADOS)
 DC = Diámetro de la columna (MTS.)
 PCT = Peso total del carbón (KG)
 VT = Tasa hidraulica (M3/(M2-MIN))
 CO = Concentración en la entrada de la columna (MGR/LT)
 TA = Tiempo de agotamiento (DIAS)
 GS = Grado de saturación (%)
 QO = Capacidad máxima de adsorción (GR COT/GR CARBON)
 ROS = Densidad del lecho de la columna (KG/M3)
 FD = volumen a tratar (M3/DIA)
 CF = Concentración de salida de la columna (MGR/LT)

FDC = volumen de agua a tratar por columna (M3/DIA)
 NTCOL = Número total de columnas
 CG = Concentración de la curva de operación
 CE = Concentración de la curva de equilibrio
 IDC = Inverso de la diferencia de concentración $1/(CG - CE)$
 IIDC = Integral de diferencia de concentración
 RDVN = Relación $(V-VB)/(VD-VB)$
 RCCO = Relación de C/Co

5.3.- Algoritmo de Solución.

- 1.- Introducción de variables de diseño:
 Concentración de entrada (mg/lt); CO
 Volumen a tratar (m³/día); FD
 Tasa hidráulica (m³/m² - min); VT
 Tiempo de agotamiento (40-45 días); TA
 Grados de saturación (90-99%); GS
 Densidad del lecho de la columna (kg/m³); ROS
- 2.- Introducción o lecturas de datos de equilibrio:
 Dosis (gc/lt) vs concentración (mg/lt)
- 3.- Ajuste por mínimos cuadrados de los datos de equilibrio a la ecuación de Freundlich:
 $q = K_f C^{1/n}$
- 4.- Evaluación de pares de datos C - Ce para la línea de operación.
- 5.- Evaluación de integrales, usando la ecuación:

$$f = \int_{C_f}^C \frac{dc}{C - C_e}$$

- 6.- Generación de la curva de colapso:

$$\frac{C}{Co} \quad \text{vs} \quad \frac{V - V_b}{V_b - V_s}$$

- 7.- Evaluación de la capacidad fraccional de la zona de adsorción:

$$f = \int_{V_s}^{V_o} \left(1 - \frac{C}{C_o}\right) d \left(\frac{V}{V_o - V_s}\right)$$

$$f = \int_0^1 \left(1 - \frac{C}{C_o}\right) d \left(\frac{V - V_s}{V_o - V_s}\right)$$

8.- Cálculo de la tasa de soluto que entra a la columna:

$$TSOLU = VT \times Co \times 0.001$$

9.- Cálculo de soluto adsorbido:

$$SOLUAD = (TA \times 24 \times 60) \times TSOLU$$

10.- Cálculo del peso del carbón por metro cuadrado:

$$PCM2 = SOLUAD / (QO \times GS)$$

11.- Cálculo de la altura de la columna:

$$Z = PCM2 / ROS$$

12.- Cálculo de la zona de adsorción:

$$ZA = (1 - GS) \times Z / F$$

13.- Cálculo del volumen tratado:

$$VB = VT \times TA \times 24 \times 60$$

14.- Cálculo del volumen tratado en TA días:

$$VTR = FD \times TA$$

15.- Inicialización de cálculos con número total de columnas igual a 1

16.- Cálculo del volumen de agua a tratar por columna

$$FDC = FD / NTCOL$$

17.- Cálculo de área de sección transversal.

$$AT = VTR / VB$$

18.- Cálculo del diámetro de la columna:

$$DC = \text{SQR} (AT \times 4 / 3.1415926)$$

19.- Cálculo del volumen del lecho:

$$VCT = AT \times Z$$

20.- Calculo del peso total del carbón:

$$PCT = PCM2 \times AT$$

21.- Si $DC/Z \leq .4$ es suficiente nos vamos al paso 23

22.- Si no es suficiente calculamos $NTCOL = NTCOL + 1$ y nos vamos al paso 16

23.- Reporte de resultados.

5.4.- DIAGRAMA DE FLUJO.

