

ANEXOS

8. ANEXOS

A1. Calibración de los medidores-controladores de flujo másico (gases) y de la bomba HPLC (líquidos)

Con el fin de cuantificar los caudales de los gases introducidos al sistema, para su posterior análisis, se ha realizado la calibración de los medidores-controladores de flujo másico y de la bomba HPLC para todos los compuestos que intervienen en el proceso, tanto reactivos como productos.

La alimentación de los gases al sistema fue realizada mediante medidores-controladores de flujo másico marca *Brooks 5850* (helio, hidrógeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono, nitrógeno) y *Alicat Scientific* (Argón). La alimentación fue llevada a cabo mediante bombonas presurizadas de He, H₂, CO₂, CH₄ y Ar con una pureza de todos ellos superiores al 99.5%. La alimentación de CO, debido a su toxicidad, se introdujo en el sistema mediante una mezcla patrón que contenía un 10% en volumen de CO diluido en He. El agua alimentada al sistema, fue introducida mediante una bomba HPLC *Shimadzu LC-20AT* (antes de su paso por el vaporizador).

Los medidores másicos *Brooks* fijan como respuesta el % de apertura de la válvula respecto el total, mientras que el controlador *Alicat Scientific*, da el caudal de gas y la bomba HPLC fija el caudal de líquido a introducir. La calibración de los gases, fue realizada a mediante medidas de caudal, en el rango en que se trabajó con cada uno, con la ayuda de un burbujímetro. En el caso de la bomba HPLC, se recogieron datos de peso y tiempo, de los que se obtuvieron los caudales.

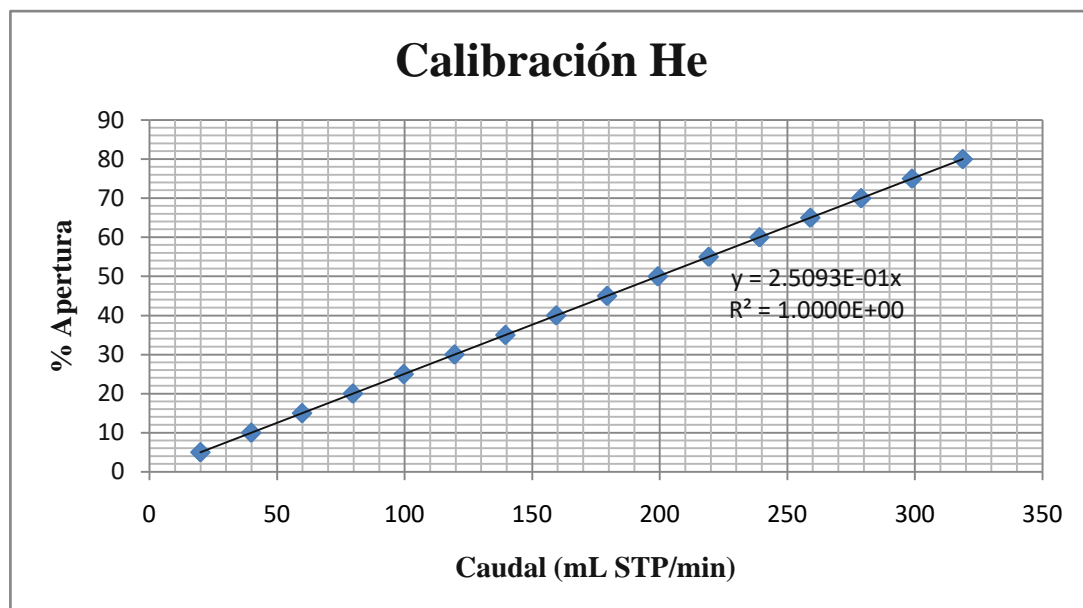


Figura A.1.1. - Recta de calibrado correspondiente al He

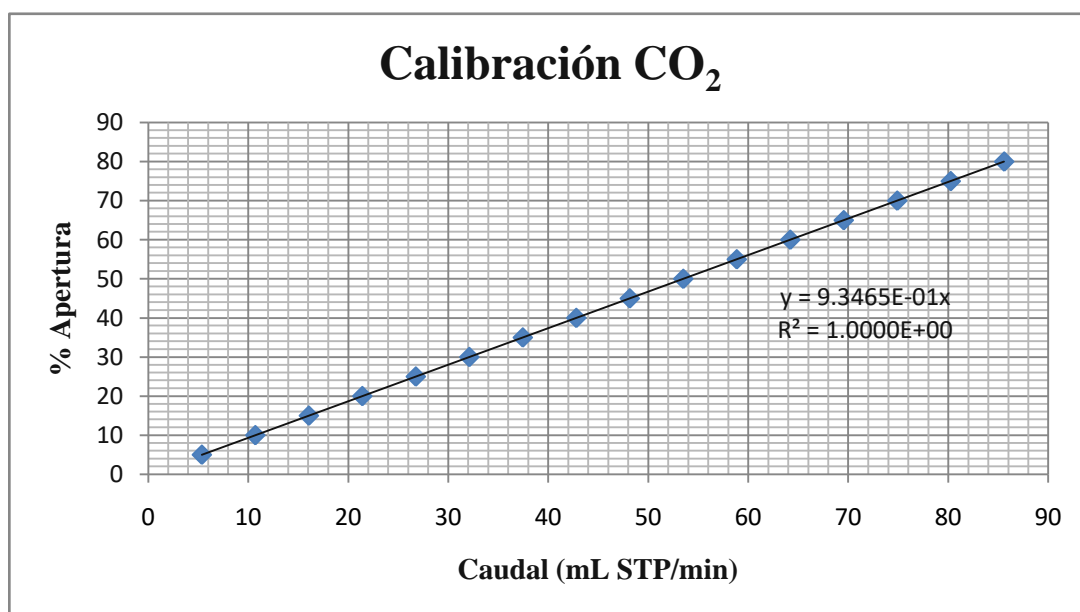


Figura A.1.2.- Recta de calibrado correspondiente al CO₂

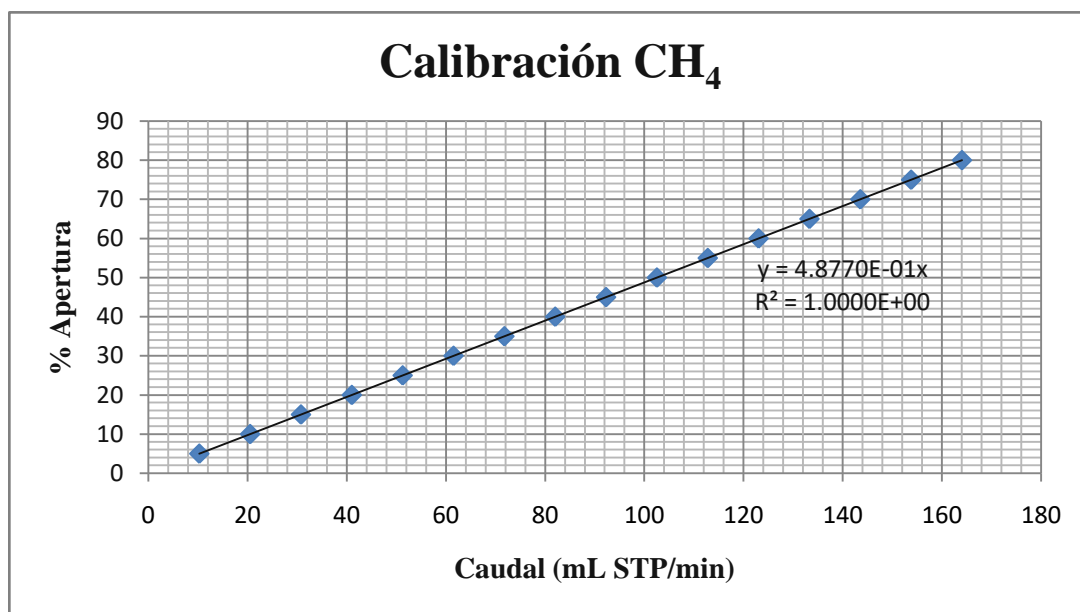


Figura A.1.3.- Recta de calibrado correspondiente al CH₄

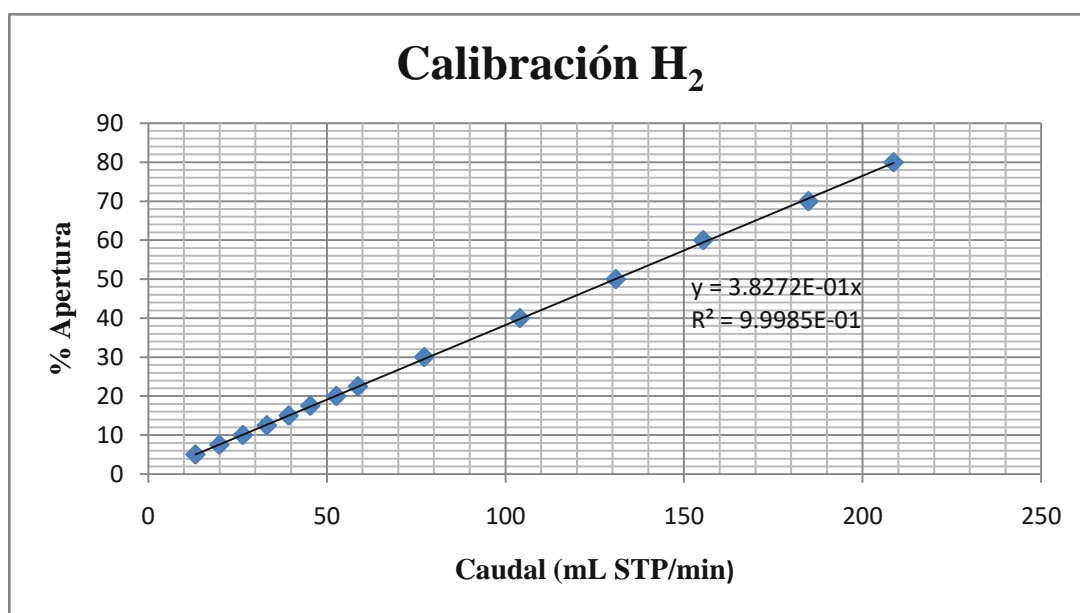


Figura A.1.4.- Recta de calibrado correspondiente al H₂

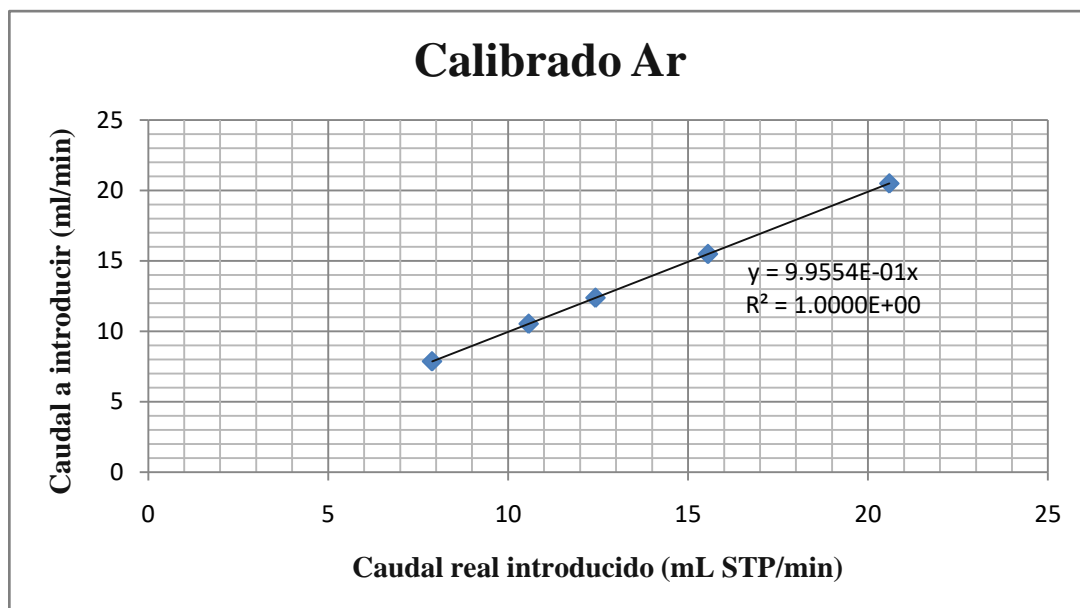


Figura A.1.5.- Recta de calibrado correspondiente al Ar

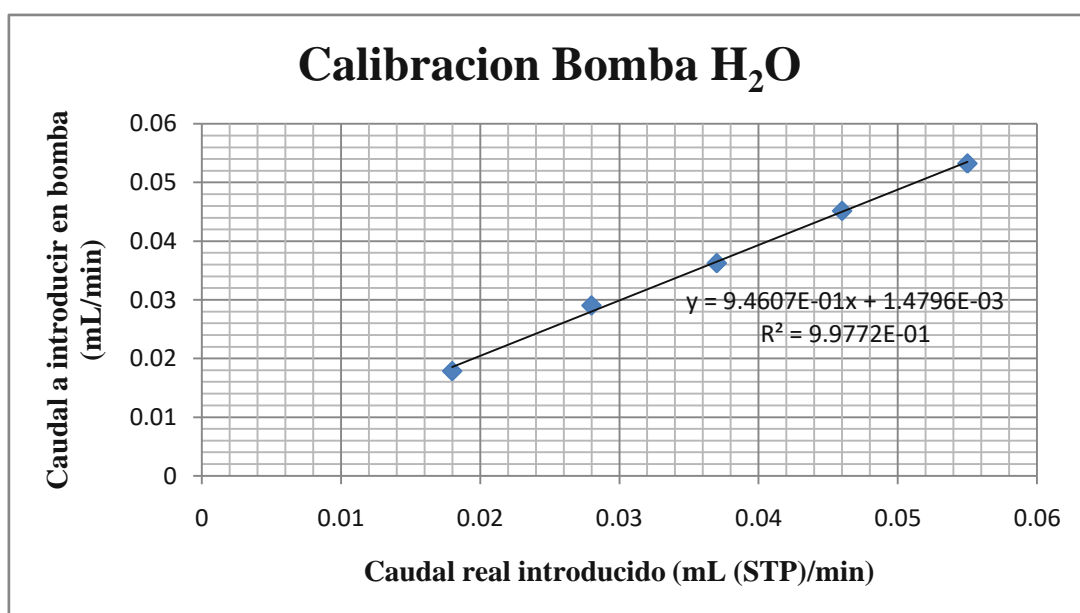


Figura A.1.6.- Recta de calibrado correspondiente a la bomba HPLC

A2. Método cromatográfico e identificación de compuestos

El análisis de los productos a la salida del reactor fue realizado mediante un cromatógrafo de gases *Agilent Technologies 7890*, el cuál consta de dos columnas cromatográficas conectadas en serie y sus respectivos conectores por conductividad térmica (TCD) conectados al final de las mismas.

La primera de las columnas es la llamada “frontal” y es del tipo *HP-PLOT/Q* cuya fase estacionaria está formada por polímeros porosos. Esta columna permite la separación de hidrocarburos de cadena corta (hasta C^{4s}), en este caso dióxido de carbono, agua y metano. La segunda, llamada “auxiliar”, es una columna del tipo *HP-PLOT Molesievey* se compone de una base estacionaria formada por zeolitas que permite la separación de los gases permanentes. En este caso, se separan argón, hidrógeno, monóxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, metano y helio. Ambas columnas son capaces de separar el metano, pero para la optimización del proceso se empleó la columna auxiliar para hacerlo.

En la figura A.2.1 es descrito el funcionamiento del cromatógrafo de gases para cada muestreo. En la parte superior, se representa el sistema durante la inyección, mientras que en la parte inferior, se muestra el comportamiento durante el periodo de carga. La muestra se introduce en el cromatógrafo mediante un “*loop*” cuya carga es constante, con la ayuda de una válvula de seis vías a la primera columna, donde se retienen los hidrocarburos y los líquidos gasificados (CO₂ y H₂O). El resto de gases se introducirán en la segunda columna por medio de una válvula de seis vías, donde serán retenidos y analizados por el TCD 1.

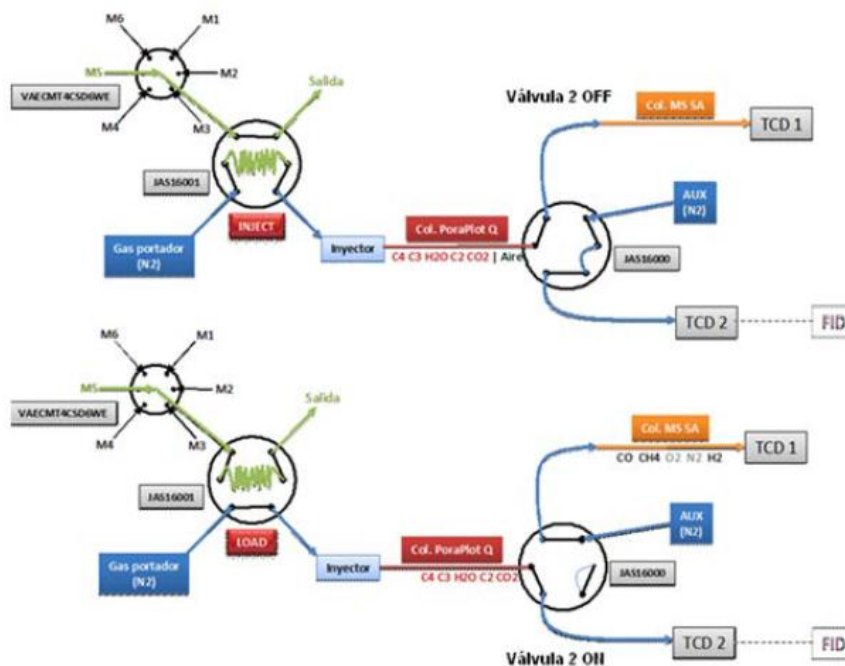


Figura A.2.1.- Esquema de funcionamiento de las columnas cromatográficas

Se ha escogido como gas portador He porque representa un conductividad térmica muy diferente al resto de los compuestos a analizar por el cromatógrafo, a excepción del H₂. Los valores de conductividad térmica se muestran en la Tabla A.2.1

Tabla A.2.1.- Conductividad térmica de los compuestos

GAS	Conductividad Térmica (mW/(K · m)) a 400K
He	190.6
H ₂	230.4
Ar	22.6
Aire	33.3
CO ₂	25.1
CO	32.3
CH ₄	49.1
H ₂ O	27.1

La calibración de los gases se realizará con mezclas de los mismos, siendo uno de ellos el gas portador He y el gas a calibrar. Los % de apertura de las válvulas se obtienen a partir del calibrado realizado en el apartado anterior.

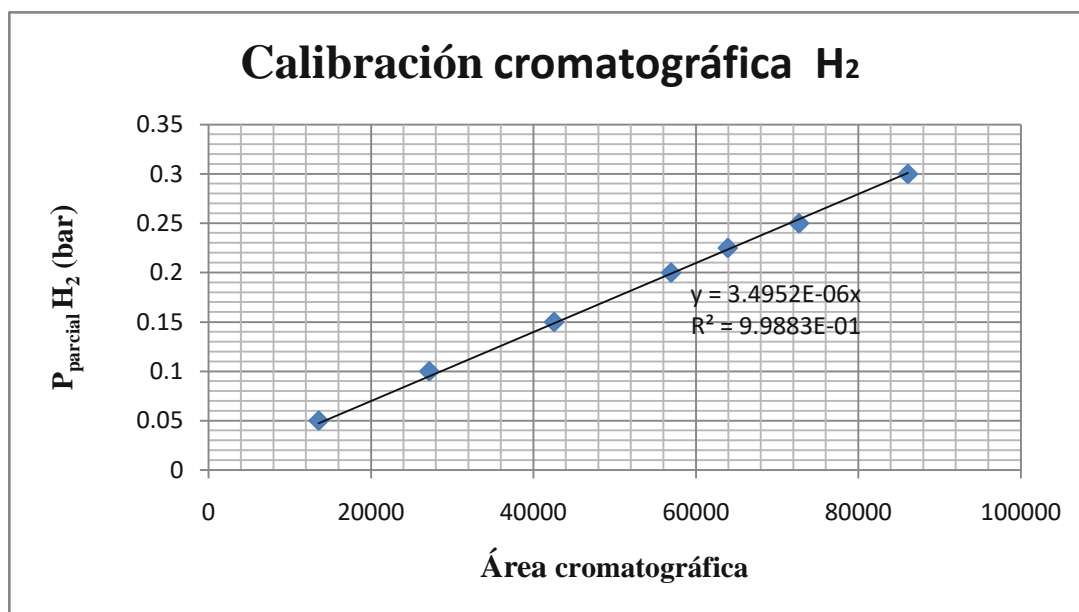


Figura A.2.2.- Recta de calibración cromatográfica del H₂

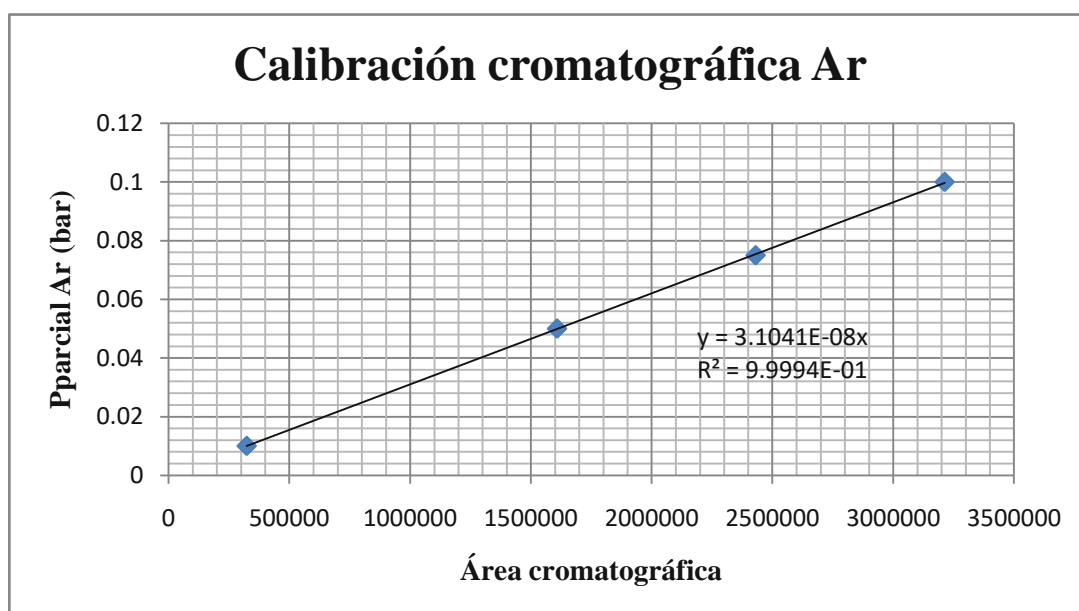


Figura A.2.3.- Recta de calibración cromatográfica del Ar

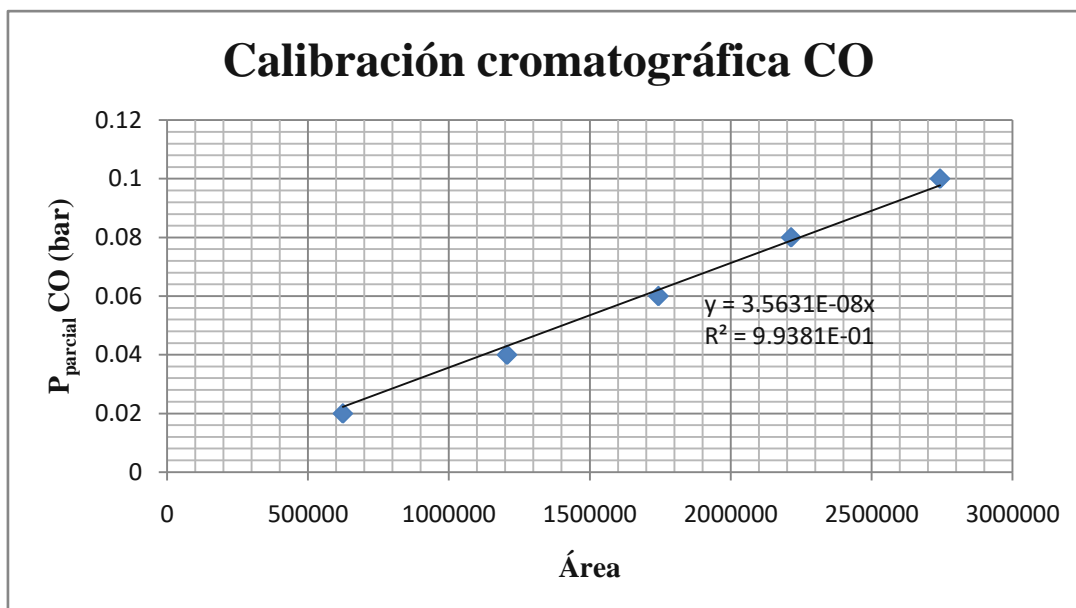


Figura A.2.4.- Recta de calibración cromatográfica del CO

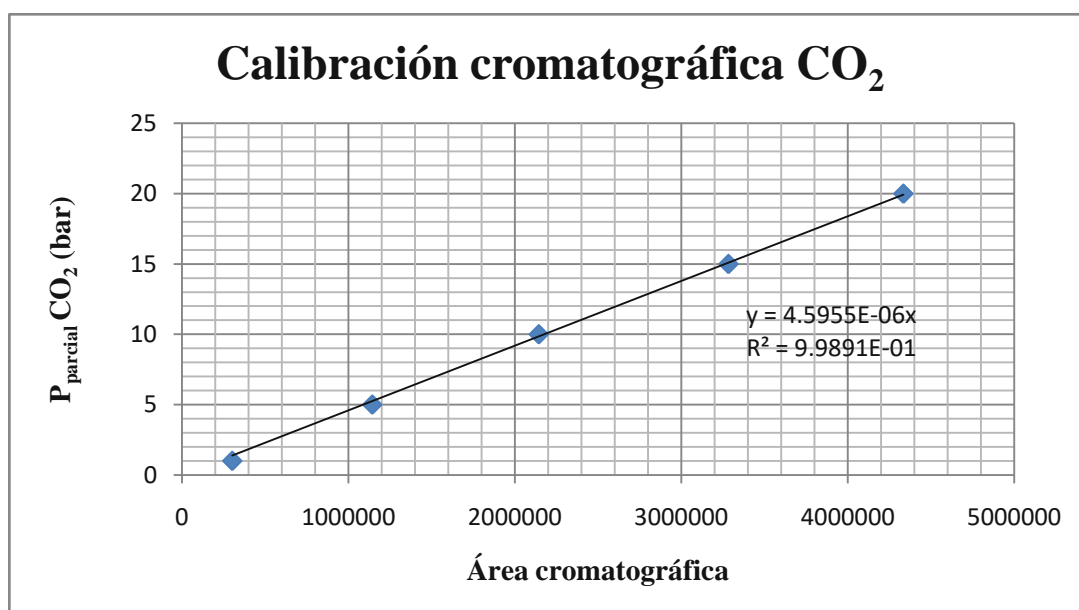


Figura A.2.5.- Recta de calibración cromatográfica del CO₂

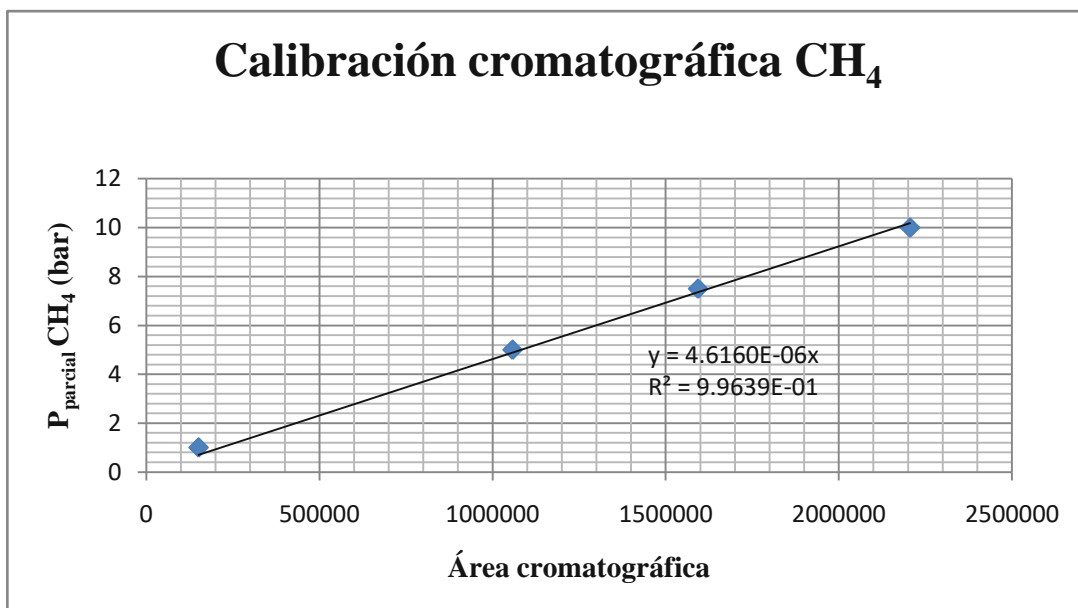


Figura A.2.6- Recta de calibración cromatográfica del CH₄

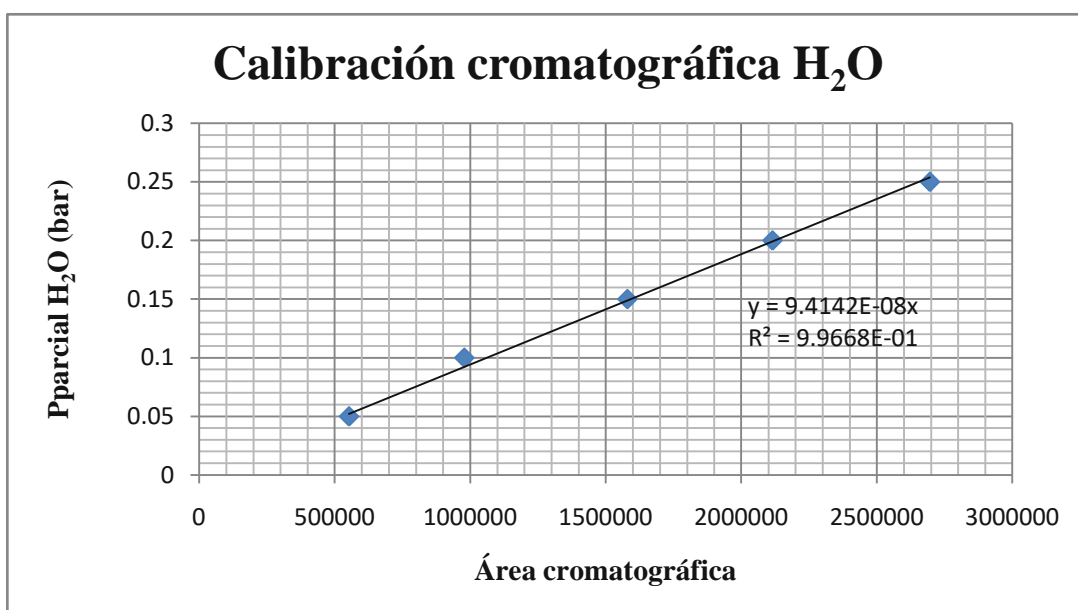


Figura A.2.7- Recta de calibración cromatográfica del H₂O

A3. Síntesis óxido triple

El óxido triple se sintetizó por el método citratos [40]. El método consiste en la preparación de dos disoluciones, una con los nitratos metálicos que componen el óxido triple y otra con ácido cítrico disuelta en agua.

Se preparan 200 mL de una disolución de nitratos metálicos: nitrato de hierro (Fe(NO₃)₃·9H₂O), aluminio (Al(NO₃)₃·9H₂O) y de cerio (Ce(NO₃)₃·9H₂O), donde la concentración de iones metálicos es de 1M.

Se realiza al mismo tiempo una disolución 1.1M con ácido cítrico hidratado (C₆H₈O₇·H₂O), adicionando un 10% en exceso, para asegurar la formación del complejo.

Se calienta la disolución de nitratos en un matraz con agitación constante, hasta alcanzar una temperatura de 75 °C. Una vez estabilizada la temperatura, se va añadiendo lentamente la disolución de ácido cítrico. Una vez formado el complejo, tras aproximadamente 2.5 horas, la mezcla toma una apariencia similar al caramelo derretido. Se procede a parar la extracción así como el suministro de calor, y se deja enfriar. Posteriormente, el contenido del matraz de reacción en crisoles cerámicos, y se introducen en una estufa a 60 °C donde permanecerán durante 12 horas para su secado.

Una vez seco, se introducen los crisoles en una mufla donde serán calcinados. La calcinación se lleva a cabo en las siguientes condiciones: Se establece una primera rampa hasta 350 °C a razón de 3 °C/min y se mantiene dicha temperatura durante 2 horas. De esta forma se elimina el agua de formación que pudiera contener el sólido. Posteriormente, se aplica una nueva rampa de temperatura, a razón de 3 °C/min, hasta alcanzar la temperatura de 850 °C. Manteniéndose dicha temperatura durante 8 horas.

Una vez enfriado el sólido, se muele y se tamiza, con el fin de obtener unos tamaños de partículas comprendidas entre 100-200 µm, el tamaño adecuado para llevar a cabo los experimentos.

A4. Técnicas de caracterización

A4.1. Difracción de rayos X (XRD)

La difracción de rayos X (XRD) es una técnica de caracterización que proporciona información de la estructura cristalina de los materiales. Consiste en hacer incidir un haz de rayos X sobre la muestra y medir la intensidad de la radiación difractada en cada ángulo, obteniéndose así los difractogramas característicos. Es posible detectar así diferentes estructuras cristalinas en una misma muestra, comparando los resultados obtenidos con patrones de líneas de difracción, que son característicos para cada uno y permiten de este modo conocer la estructura química del sólido [45].

El equipo en el que se realizaron los análisis XRD de los óxidos empleados es un difractómetro *D-max Rigaku*, que emplea un ánodo de cobre. Se utiliza un monocromador de grafito para seleccionar la radiación CuK_α del ánodo, $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$. Los análisis se realizaron en el rango 2θ desde 15° hasta 85°, con una velocidad de barrido de 0.03 grados/s.

A4.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Se trata de una técnica de microscopía electrónica, basada en la producción de imágenes en alta resolución de la superficie de una muestra, mediante el bombardeo con un haz de electrones. Los electrones emitidos en la muestra interactúan con los átomos de la misma, expulsando electrones de baja energía en la superficie, proporcionando la reconstrucción de una imagen de la superficie en alta resolución [46]. Este método permite analizar los cambios en la superficie del sólido debido a cambios en las condiciones de operación, tiempo de reacción y los cambios que sufre con cada ciclo de operación.

El SEM se llevó a cabo en el Servicio de Microscopía Electrónica de la Universidad de Zaragoza con un microscopio de barrido *JEOL JSM 6400*.

A4.3. Superficie específica (BET)

Este método, basado en la adsorción de nitrógeno o de argón en sus respectivos puntos de ebullición (77 y 87 K), fue desarrollado por *Brunauer, Emmett y Teller*. Esto permite conocer la superficie específica del sólido, expresándolo como relación entre el área total del catalizador y la muestra de sólido, medido en m²/g. Una vez conocida la cantidad de gas necesaria para formar la monocapa en la isoterma de adsorción (*Lagmuir*), es posible calcular el área del sólido y el área que ocupa una molécula adsorbida en ese gas [47, 48].

El área BET calculada para el *óxido triple* se han medido en el equipo *Micrometrics ASAP 2020*. El área obtenida para el sólido, puede ser inexacta, debido a que la superficie obtenida es muy pequeña (4 m²/g) y la adsorción con nitrógeno se encuentra con limitaciones para sólidos poco porosos [47].

A5. Descripción de operación en la planta

En este apartado, se ha descrito la rutina de trabajo empleada para realizar un experimento completo de tres ciclos de reducción-oxidación, para el proceso “*Steam-Iron*” en el reactor de lecho fijo.

Primero, se realiza el pesado de *óxido triple* y del sólido inerte a introducir (SiC) (ver apartado 2.1), posteriormente se mezclan ambos en un recipiente mediante un embudo y se agita, asegurando la máxima mezcla posible de ambos sólidos. A continuación, se introducen en el reactor de lecho fijo, mediante un embudo de sólidos, teniendo cuidado de arrastrar todo el sólido, con el fin de minimizar las pérdidas del mismo. Una vez llenado el reactor, se coloca este en el interior del horno y se une a la instalación por la parte superior e inferior del mismo mediante un tubo de Vitón[®] (polímero resistente a una temperatura máxima de 200 °C y resistente a ácidos y bases). La unión se sella y aísla, para evitar fugas de gases mediante Teflón[®], así mismo se introduce el termopar por la parte superior del reactor. Se procede después a cerrar el horno y aislarlo, colocando fibra de vidrio en la parte superior e inferior del horno.

Para el calorifugado de las líneas, se colocaron las termorresistencias, a la salida y entrada del reactor, que serán tapadas con papel de aluminio para aislarlas y mantener la temperatura, que se controla por termopares y un controlador PID. Debe ser comprobada la correcta instalación a la red eléctrica de cada una de las termorresistencias, conectándolas en orden y de una en una. Una vez comprobada la instalación de todos los elementos calefactores y de control de temperatura, antes de realizar su encendido, se procede primero a la introducción de los caudales de gases.

Inicialmente, se abren las válvulas de He, N₂ y aire, necesario para poder operar en el cromatógrafo. En ese momento sólo está entrando He al sistema. Después, se abren las válvulas correspondientes a los gases a introducir en el experimento, H₂, CO₂ y Ar, pasándolos primero a venteo, esperando un tiempo de estabilización. Para que las corrientes sean homogéneas

Purificación de mezclas H_2 - CO_2 mediante el proceso “Steam-Iron” con óxidos de hierro

A continuación, se procede a encender las resistencias calefactoras, una a una, así como el vaporizador y los controladores de temperatura. La temperatura a la que ha de mantenerse las líneas es siempre entre 150 y 180 °C. Una vez encendidos todos los elementos calefactores, se enciende el horno y se programa, introduciendo una rampa de temperatura de 10 °C/min de pendiente, hasta la temperatura de reducción que se haya elegido para el experimento a realizar.

Mientras se produce el calentamiento del sistema, pasado aproximadamente media hora después del encendido del vaporizador, se comienza pasar agua mediante la bomba HPLC para la etapa de oxidación, la cuál es llevada a venteo, junto con el N_2 . Así mismo se carga el programa para trabajar con el cromatógrafo.

Una vez estabilizados los caudales y las temperaturas, se equilibran las presiones de las corrientes, mediante las válvulas de aguja, para que no existan efectos de sobrepresión al introducirlas al lecho. Luego, se prepara adecuadamente el programa de análisis cromatográfico para iniciar las mediciones con el cromatógrafo al empezar la reducción.

Se abre la válvula de tres vías, introduciendo las corrientes de los reactivos de la etapa de reducción al reactor, junto con el He, salvo la del agua y el N_2 , que son utilizadas posteriormente. Se cuenta el tiempo de retardo antes de empezar el método de análisis cromatográfico.

Una vez terminada la etapa de reducción, se vuelve a girar la válvula de 3 vías, enviando los reactivos a venteo y dejando que solamente entre He en el sistema. Así mismo, se programa el horno para que se enfríe a la temperatura a la que se realiza la oxidación (500 °C). El tiempo de enfriamiento es diferente dependiendo de la temperatura de reducción seleccionada. Se cierran las válvulas correspondientes a H_2 y CO_2 y se siguen pasando a venteo el patrón interno (Ar), el H_2O y el N_2 .

Para iniciar la etapa de oxidación una vez estabilizados el caudal y la temperatura, primero se equilibran de nuevo las presiones y a continuación se giran las dos válvulas de tres vías que dispone el sistema, introduciendo todos los gases que estaban circulando a venteo. Se espera de nuevo el tiempo de retardo y se inicia el método cromatográfico.

Purificación de mezclas H_2-CO_2 mediante el proceso “Steam-Iron” con óxidos de hierro

Una vez acabada la etapa de oxidación, se vuelven a cerrar las dos válvulas de tres vías, volviendo a enviar los gases a venteo y dejando pasar el He al sistema. Si se ha de realizar otro ciclo, se vuelven a introducir los caudales de los reactivos, pasándolos a venteo primero y poner de nuevo el horno para que alcance la temperatura de reducción.

A6. Tiempo de retardo de la planta

Es necesario conocer el tiempo de retardo del sistema, para saber en qué momento va a comenzar la reacción. No todas las moléculas van a permanecer el mismo tiempo en el reactor, con lo que es necesario conocer la distribución de tiempos de residencia [32, 34, 38].

Para obtener la distribución, se introduce en el reactor un trazador a un tiempo dado (que se considerará como instante inicial) y se mide la concentración del trazador desde ese instante a lo largo del tiempo, hasta que la concentración a la salida sea idéntica a la de la corriente de alimentación [44].

El sólido que se va a emplear está compuesto por un 75%(p) de *óxido triple* y un 25%(p) de SiC, que ha sido utilizado en todos los experimentos. Como trazador, se ha escogido argón, que irá diluido en helio. Se alimentó una corriente total de 250 mL (STP)/min, similar a la que se van a emplear en los experimentos. Se alimentaron 0.05 bar de argón diluidos en la corriente de helio, a temperatura ambiente. Se realizaron pinchazos cada minuto. A partir de las áreas cromatográficas obtenidas, se calcularon las concentraciones correspondientes, que se normalizaron, obteniendo la curva F(t). También se obtuvieron la distribución de tiempos de residencia E(t). El tiempo de residencia fue calculado con la integración de la curva E(t)·t vs t [44]. La figura A13, muestra la curva adimensional F(t) vs al tiempo.

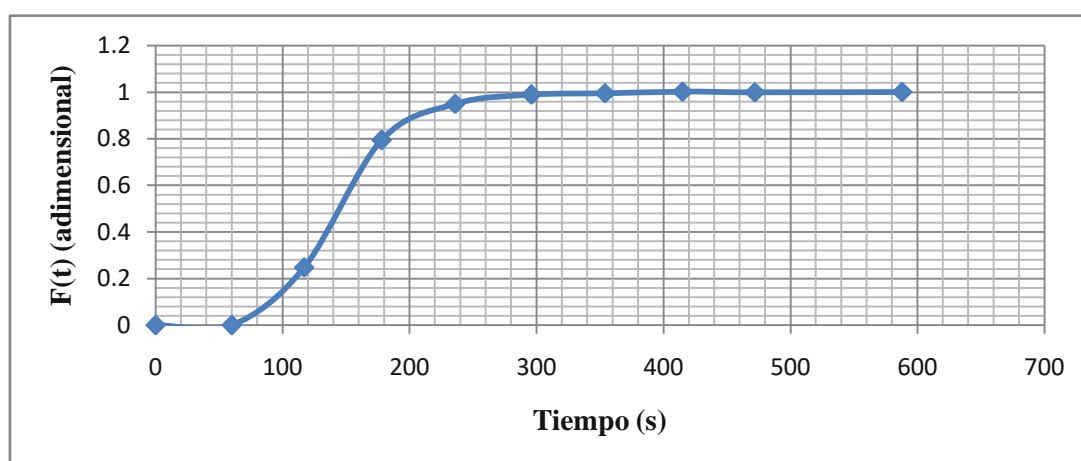


Figura A.6.1. - Distribución de presiones parciales de Ar normalizadas en función del tiempo.

A7. Ensayo de reproducibilidad

Se realizaron dos experimentos en las mismas condiciones para comprobar la reproducibilidad en el comportamiento de los equipos y la robustez del método de análisis. Las condiciones se asemejan a las descritas en la tabla 4.1 (ver apartado 4), donde se introducirá la corriente de H₂ y CO₂ (Presiones parciales, 0.5 y 0.125 bar respectivamente) a una temperatura de 650 °C. El sólido es el descrito en la descripción de la planta experimental (ver apartado 2), formado por una cantidad de 2.5g de sólido.

La figura A.6.1 Muestra los flujos molares de ambos experimentos llevados a cabo. Como se puede observar, existe similitud en los flujos de las corrientes de CO y CO₂, no siendo así par a los compuestos con hidrógeno, tales como el H₂ y el H₂O en los que se aprecia una desviación en los flujos.

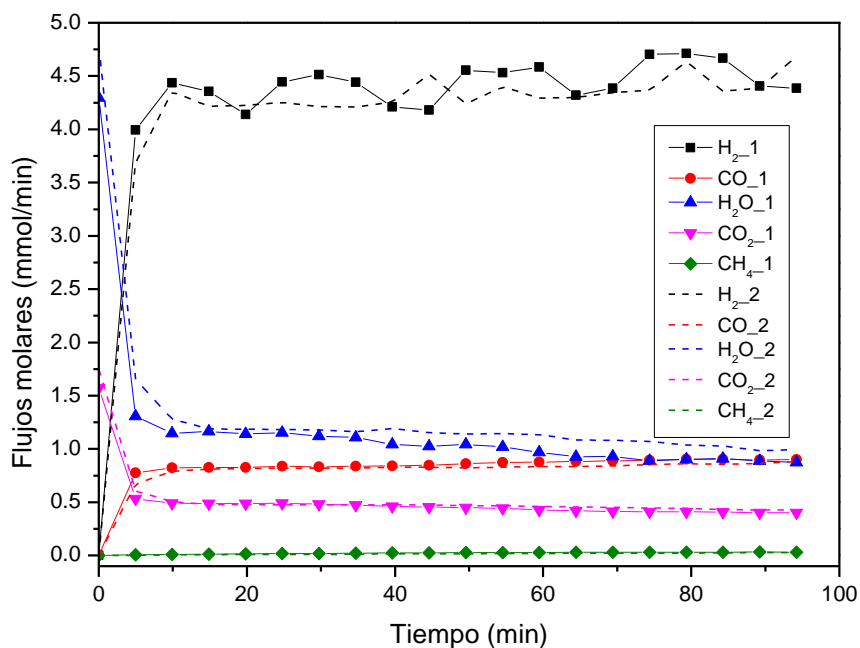


Figura A.7.1. -Ensayo de reproducibilidad para la primera etapa de reducción a T= 650 °C

A8. Experimento con hidrógeno puro.

Con el fin de comprobar la máxima capacidad de producción del sólido, así como la capacidad reductora del hidrógeno, se realizó un experimento en el que no se introdujo CO₂, sino solamente H₂ (presión parcial 0.2 bar) y Ar (presión parcial 0.05 bar), diluido todo en He, con un caudal total alimentado de 250 mL (STP)/min para la etapa de reducción, trabajando a una temperatura de 600 °C. En la etapa de oxidación, el H₂ será sustituido por vapor de agua (presión parcial 0.5 bar) siendo las mismas cantidades de Ar y He, a una temperatura de 500 °C para esta etapa.

La cantidad de sólido empleado, es la misma que para el resto de experimentos, siendo 2.5 g, compuesto por un 75% (p) de sólido triple y un 25 % (p) de SiC.

Para este experimento que se ha realizado no es posible ver la distribución de los flujos molares con el tiempo, tanto del H₂ introducido como del H₂O que se va generando conforme avanza la reacción. Esto es debido a la baja resolución que existe en los picos de hidrógeno en el cromatógrafo, al emplear como gas portador el He, ya que ambos elementos tienen una conductividad parecida (ver anexo A.2). Entonces, para poder ver el avance de la reacción en cada momento, se representó frente al tiempo los ratios de H₂ tanto para la etapa de oxidación como la de reducción, donde se han realizado dos ciclos redox.

En las figuras A.8.1 y A.8.2 se representan los ratios en función del tiempo, para cada una de las etapas. Para la etapa de reducción, correspondiente a la figura A.8.1, el sólido se reduce rápidamente durante los primeros 5 minutos, pasando de hematita (Fe₂O₃) a magnetita (Fe₃O₄), dependiendo una mayor cantidad de H₂O durante esta fase. A continuación, tiene lugar el paso de magnetita a hierro metálico, que tiene lugar de una manera progresiva, más lenta. Como inicialmente se parte de Fe₂O₃, en la primera etapa se tiene mayor cantidad de oxígeno en el sólido, con lo que es posible reducir mayor cantidad de sólido, además en ciclos posteriores no será posible volver al estado de oxidación inicial, consiguiendo llegar sólo a Fe₃O₄. Tal y como se puede ver, con el paso de los ciclos, el sólido se va a reducir en menor tiempo, ya que en la segunda etapa sólo se podrá reducir el sólido que se haya reducido previamente [35].

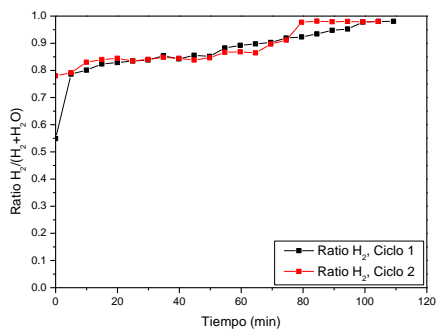


Figura A.8.1. - Ratios de H₂ para las etapas de reducción a T= 600°C

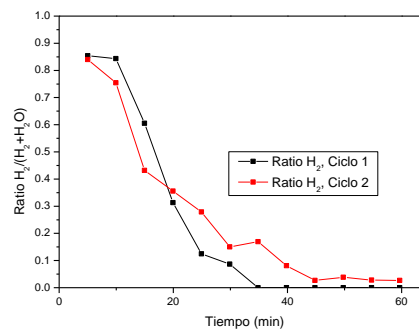


Figura A.8.2. – Ratios de H₂ para las etapas de oxidación a T=500°C

Mediante la integración de la curva generada por la representación del balance de O durante la etapa de oxidación, se ha calculado, la cantidad de hidrógeno producido en estos dos ciclos, que han sido de 4.76 y 4.74 g H₂/ 100g Fe respectivamente, siendo 4.8 el máximo teórico alcanzable. En este experimento, se ha realizado alimentando únicamente H₂, con lo que, al no introducir CO₂ en el reactor, son las mejores condiciones para producirlo, ya que la presencia de CO₂ dificulta las condiciones de operación necesarias para reducir el sólido. Tal y como se extrae de los cálculos, la cantidad de hidrógeno es muy próxima a la teórica.

A9. Experimentos con mezclas H₂/CO₂ analizando el efecto de la temperatura de reducción

En este apartado, se muestran las gráficas representadas para todos los experimentos realizados a diferentes temperaturas. En ellas se muestran, la distribución de los flujos molares a lo largo del tiempo y los balances de materia calculados para cada experimento.

A9.1. Experimento Temperatura: 650 °C. Sólido triple + SiC

Se alimentó al sistema una corriente formada por H₂ (presión parcial 0.5 bar), CO₂ (presión parcial 0.125 bar) y Ar (presión parcial 0.05 bar) diluidos en He, para dar un caudal total de 250 mL (STP)/ min. La temperatura de la etapa de reducción es 650 °C.

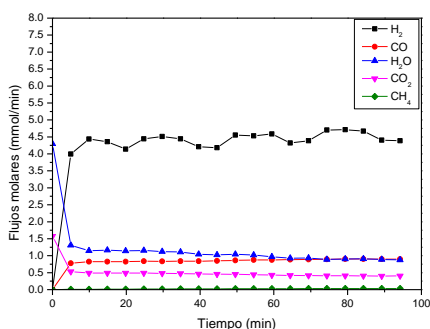


Figura A.9.1. Flujos molares para la 1ª Reducción T=650° C

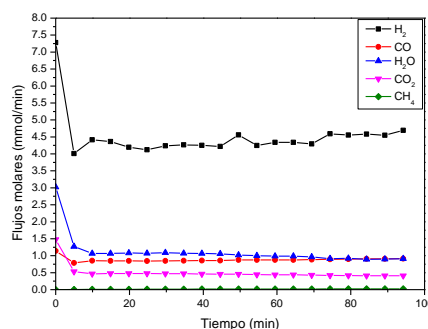


Figura A.9.2. Flujos molares para la 2ª Reducción. T=650°C

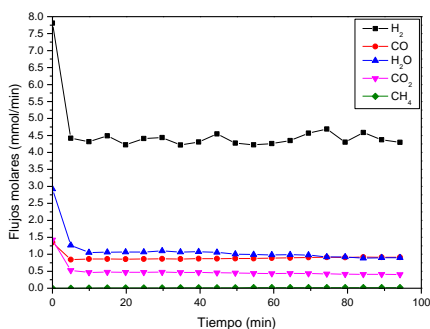


Figura A.9.3. Flujos molares para la 3ª Reducción. T= 650°C

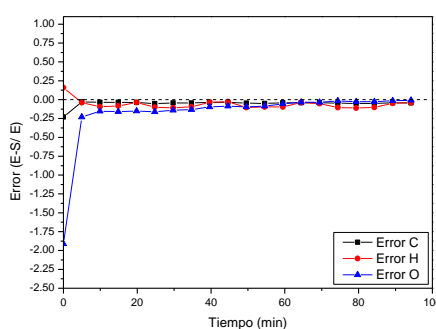


Figura A.9.4. Balances de materia para la 1ª Reducción. T= 650°C

Purificación de mezclas H₂-CO₂ mediante el proceso “Steam-Iron” con óxidos de hierro

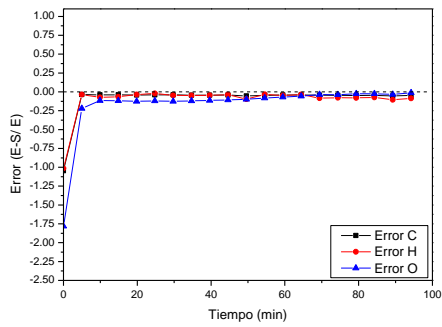


Figura A.9.5. Balances de materia para la 2^a Reducción. T=650 °C

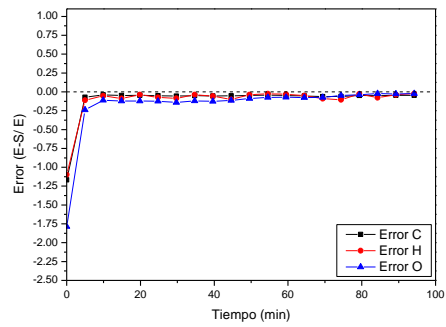


Figura A.9.6. Balances de materia para la 3^a Reducción. T=650 °C

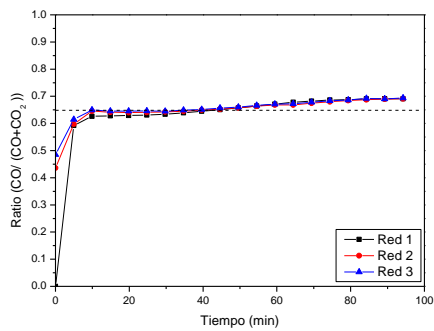


Figura A.9.7. Ratios de CO para las etapas de reducción. T= 650 °C

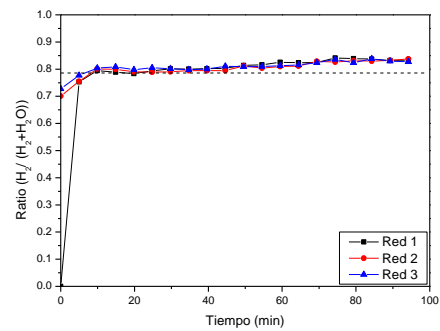


Figura A.9.8. Ratios de H₂ para las etapas de reducción. T=650 °C

A9.2. Experimento Temperatura: 700 °C. sólido triple + SiC

Se alimentó al sistema una corriente formada por H₂ (presión parcial 0.5 bar), CO₂ (presión parcial 0.125 bar) y Ar (presión parcial 0.05 bar) diluidos en He, para dar un caudal total de 250 mL (STP)/ min. La temperatura de la etapa de reducción es 700 °C.

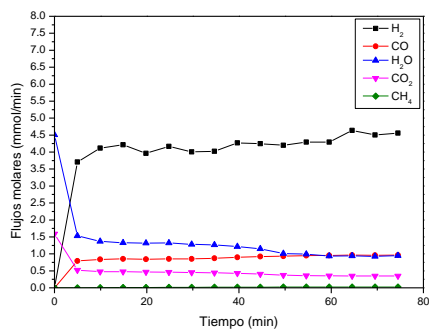


Figura A.9.9. Flujos molares para la 1ª Reducción. T= 700 °C

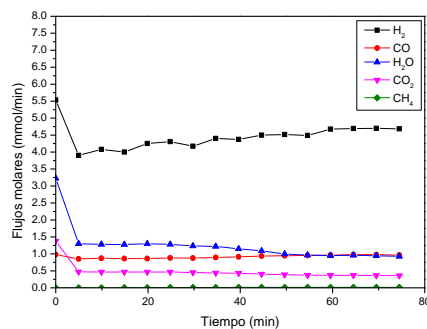


Figura A.9.10. Flujos molares para la 2ª Reducción. T= 700 °C

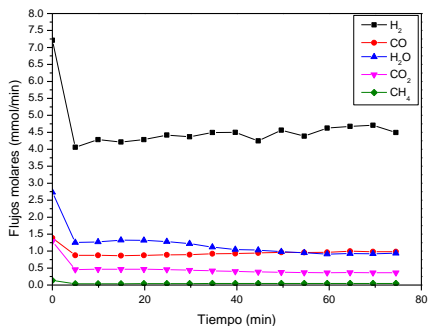


Figura A.9.11. Flujos molares para la 3ª Reducción. T= 700 °C

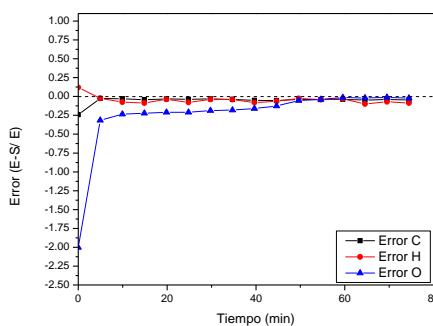


Figura A.9.12. Balances de materia para la 1ª Reducción. T= 700°C

Purificación de mezclas H₂-CO₂ mediante el proceso “Steam-Iron” con óxidos de hierro

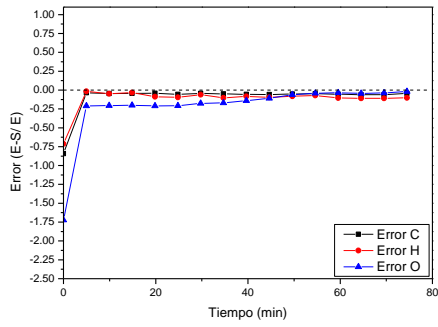


Figura A.9.13. Balances de materia para la 2^a Reducción. T= 700°C

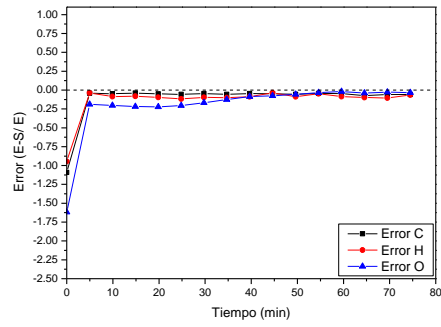


Figura A.9.14. Balances de materia para la 3^a Reducción. T= 700 °C

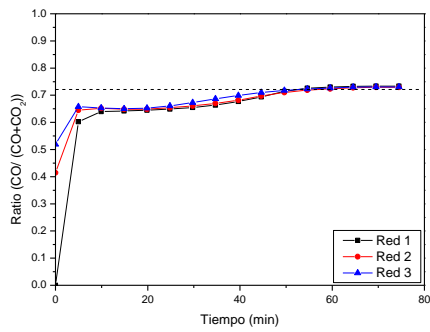


Figura A.9.15. Ratios de CO para las etapas de reducción. T= 700 °C

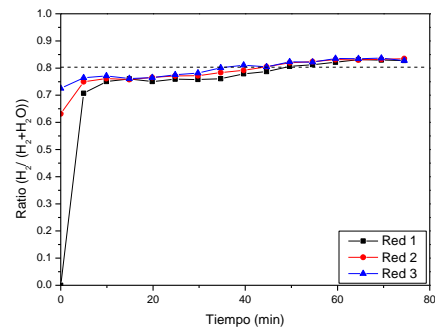


Figura A.9.16. Ratios de H₂ para las etapas de reducción. T= 700 °C

A9.3. Experimento Temperatura: 750 °C. sólido triple + SiC

Se alimentó al sistema una corriente formada por H₂ (presión parcial 0.5 bar), CO₂ (presión parcial 0.125 bar) y Ar (presión parcial 0.05 bar) diluidos en He, para dar un caudal total de 250 mL (STP)/ min. La temperatura de la etapa de reducción es 750 °C.

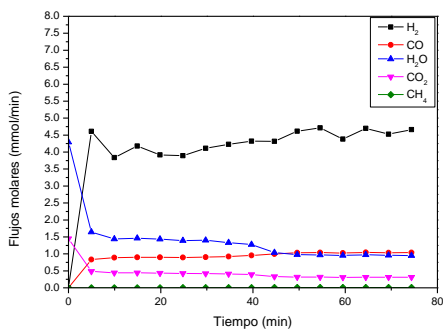


Figura A.9.17. Flujos molares para la 1^a Reducción. T= 750 °C

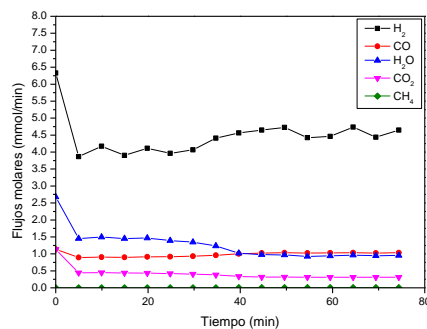


Figura A.9.18. Flujos molares para la 2^a Reducción. T= 750 °C

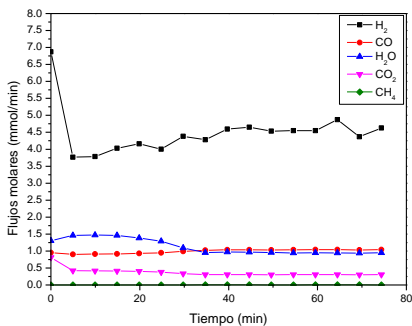


Figura A.9.19. Flujos molares para la 3^a Reducción. T= 750 °C

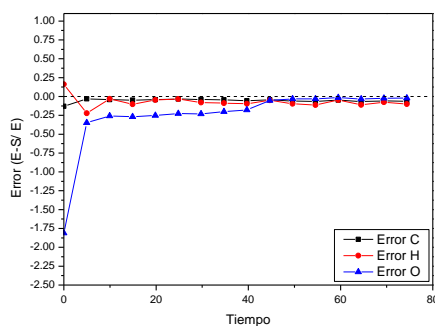


Figura A.9.20. Balances de materia para la 1^a Reducción T= 750 °C

Purificación de mezclas H₂-CO₂ mediante el proceso “Steam-Iron” con óxidos de hierro

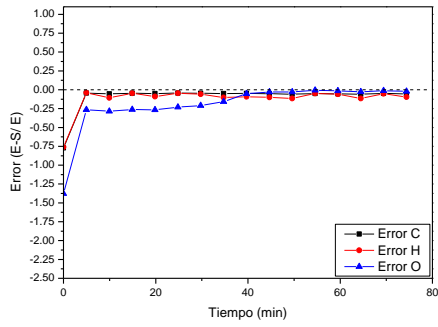


Figura A.9.21. Balances de materia para la 2^a Reducción. T= 750 °C

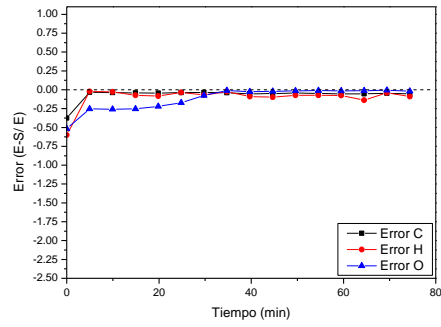


Figura A.9.22. Balances de materia para la 3^a Reducción. T= 750 °C

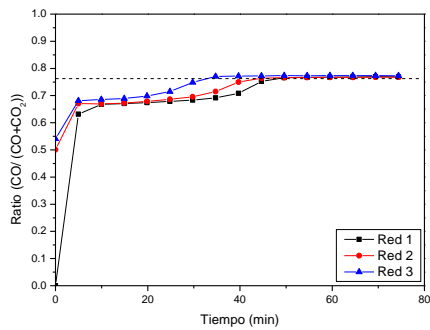


Figura A.9.23. Ratios de CO para las etapas de reducción. T= 750 °C

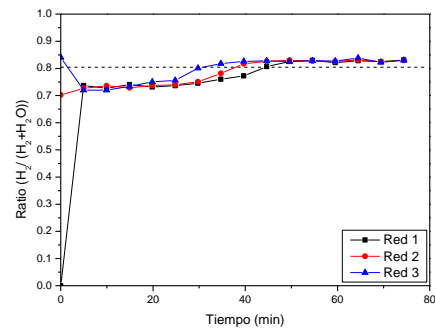


Figura A.9.24. Ratios de H₂ para las etapas de reducción. T= 750 °C

A9.4. Experimento Temperatura: 800 °C. Sólido Triple + SiC

Se alimentó al sistema una corriente formada por H₂ (presión parcial 0.5 bar), CO₂ (presión parcial 0.125 bar) y Ar (presión parcial 0.05 bar) diluidos en He, para dar un caudal total de 250 mL (STP)/ min. La temperatura de la etapa de reducción es 800 °C

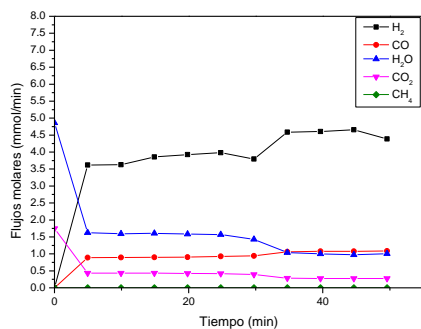


Figura A.9.25. Flujos molares para la 1^a Reducción. T= 800 °C

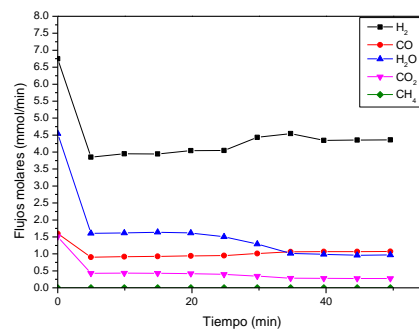


Figura A.9.26. Flujos molares para la 2^a Reducción. T= 800 °C

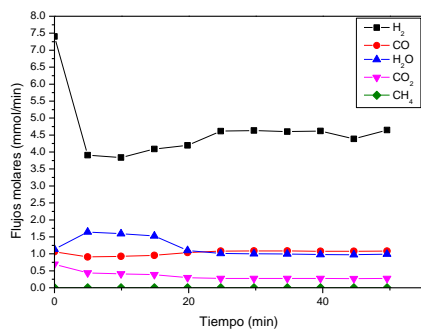


Figura A.9.27. Flujos molares para la 3^a Reducción. T= 800 °C

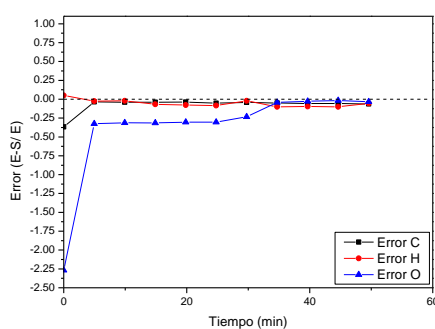


Figura A.9.28. Balances de materia para la 1^a Reducción. T= 800°C

Purificación de mezclas H₂-CO₂ mediante el proceso “Steam-Iron” con óxidos de hierro

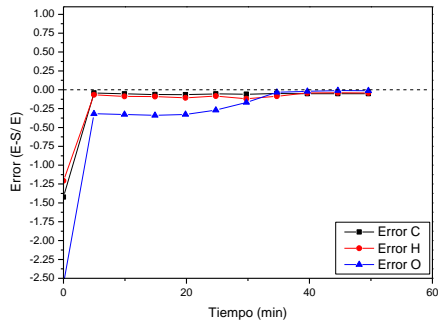


Figura A.9.29. Balances de materia para la 2^a Reducción. T= 800 °C

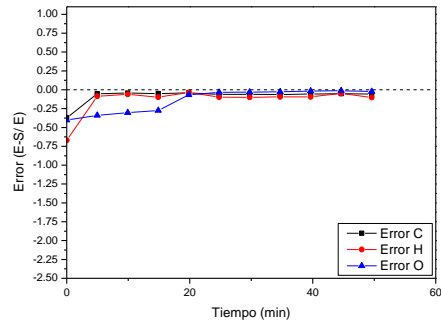


Figura A.9.30. Balances de materia para la 3^a Reducción. T= 800 °C

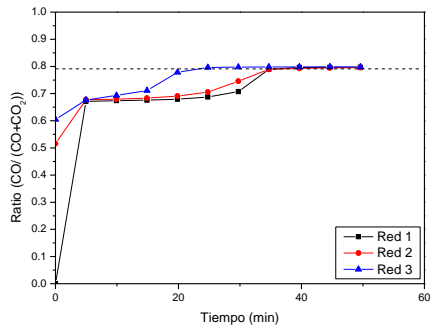


Figura A.9.31. Ratios de CO para las etapas de reducción. T= 800 °C

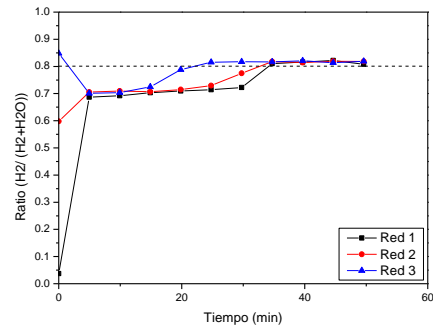


Figura A.9.32. Ratios de H₂ para las etapas de reducción. T= 800 °C

A9.5. Experimento Temperatura: 850 °C. Sólido Triple + SiC

Se alimentó al sistema una corriente formada por H₂ (presión parcial 0.5 bar), CO₂ (presión parcial 0.125 bar) y Ar (presión parcial 0.05 bar) diluidos en He, para dar un caudal total de 250 mL (STP)/ min. La temperatura de la etapa de reducción es 850 °C

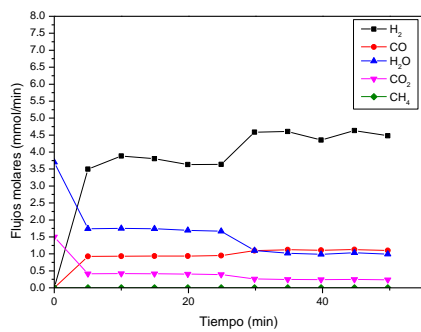


Figura A.9.33. Flujos molares para la 1^a Reducción. T= 850 °C

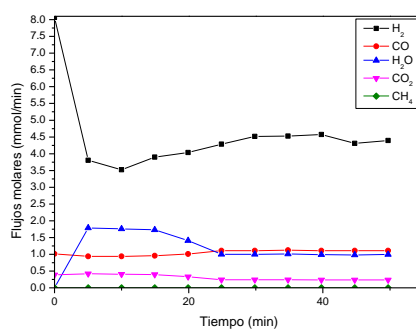


Figura A.9.34. Flujos molares para la 2^a Reducción. T= 850 °C

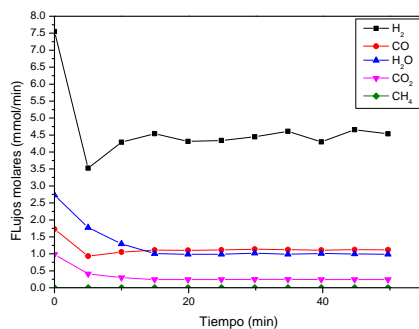


Figura A.9.35. Flujos molares para la 3^a Reducción. T= 850 °C

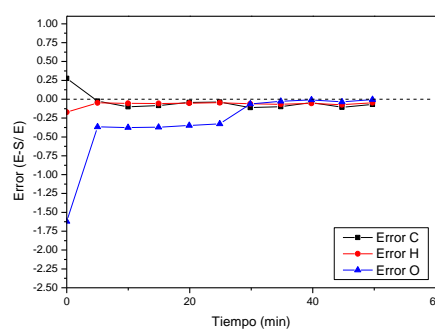


Figura A.9.36. Balances de materia para la 1^a Reducción. T= 850 °C

Purificación de mezclas H₂-CO₂ mediante el proceso “Steam-Iron” con óxidos de hierro

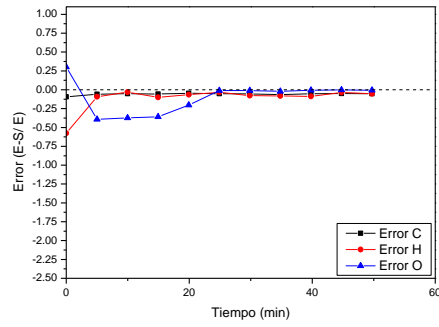


Figura A.9.37. Balances de materia para la 2^a Reducción. T= 850 °C

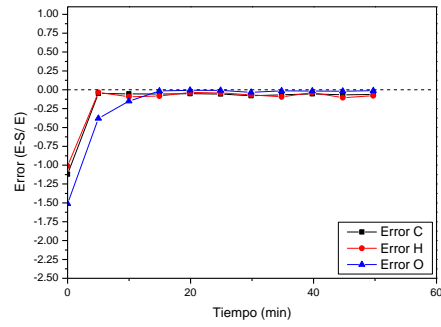


Figura A.9.38. Balances de materia para la 3^a Reducción. T= 850 °C

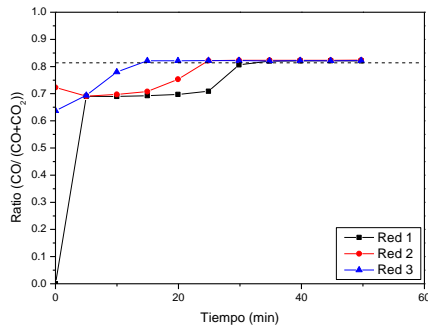


Figura A.9.39. Ratios de CO para las etapas de reducción. T= 850 °C

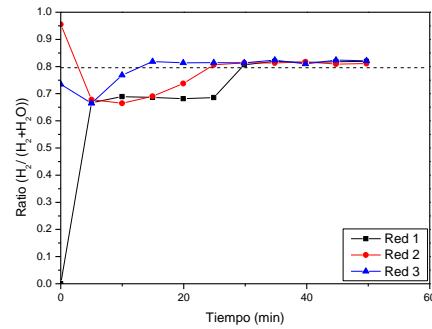


Figura A.9.40. Ratios de H₂ para las etapas de reducción. T= 850°C