

5. Desarrollo de la Experimentación

Fuentes de Información de proyectos similares Desarrollados

El objetivo de este trabajo además de obtener datos confiables tanto de viscosidad como de densidad de soluciones acuosas de alcanolaminas, era el de implementar dentro de la UDLA todos los dispositivos necesarios para obtener dichos datos. Para ello el primer paso fue conseguir información acerca de proyectos similares desarrollados en otros institutos para que sirvieran de guía para el presente trabajo. Se busco artículos relacionados con el tema los cuales se encuentran en revistas de publicación periódica para ingeniería química, así como en Internet.

En la búsqueda de los artículos se enfoco en artículos que presentaran datos de alcanolaminas comunes utilizadas en la purificación del gas natural, se tuvo cuidado en tener artículos cuyos datos presentados fueran de alcanolaminas con las cuales se contara para el proyecto. La búsqueda se realizo en Internet y en las revistas y bases de datos de la biblioteca de la UDLA en total fueron 5 los títulos de las referencias encontradas (Chih-Hao y Meng Hui Li, 1997),(Maham, Lebrette y Mather, 2002), (Rebolledo y Trejo, 2006),(Henni, Hromek, Tontiwachwuthikul y Chakma, 2003).

Estas referencias fueron de mucha ayuda ya que proporcionaron información básica acerca del proyecto; por ejemplo con que instrumentos trabajaban, con que limites de confianza y sobre todo sirvieron de referencia para saber en que valores andarían los datos los cuales se pensaba reproducir dentro de la UDLA. Sin embargo también hubo una deficiencia encontrada en la mayoría de los artículos y fue que no se encontró información necesaria acerca de la metodología

de trabajo que cada autor utilizaba para reproducir sus datos, fue por ello que al principio del proyecto se centro atención a conseguir el equipo necesario para trabajar de acuerdo con los artículos encontrados.

5.1 Reactivos

Obtener los reactivos era lo primero a tratar, para ello se solicitó la donación de alcanolaminas, estas fueron donadas por IDESA, y una se compró. Las donadas fueron la Monoetanolamina(MEA), Dietanolamina(DEA), Trietanolamina(TEA) y la comprada fue la 2 Amino 2 Metil 1 Propanol(AMP) esta última de Aldrich y las primeras de IDESA. Las aminas en general son sumamente reactivas tanto con el CO_2 como con la luz misma para ello hubo que traspasarlas de los recipientes en las cuales llegaron que eran de plástico y transparentes a unos recipientes ámbar para evitar al máximo el contacto de las sustancias con la luz y así cuidar de su pureza. Cabe recalcar que los frascos ámbar fueron previamente lavados con mezcla sulfocromica y con agua bidestilada para tener una mayor limpieza en ellos y evitar contaminar las sustancias. El agua grado bidestilada fue proporcionada por el almacén de la UDLA, esta agua no solo sería utilizada para la limpieza del material a utilizar sino para la preparación de la misma muestra ya que se analizarían soluciones acuosas.



Fig. 5.1. Frasco con Dietanolamina.

Proceso de Limpieza de Material

Tener el material de vidrio perfectamente limpio era prioritario, ya que el obtener datos de propiedades termo físicas exige una pureza alta para los reactivos con lo cual al tener un material limpio se evitaba posibles impurezas en los reactivos y muestras a trabajar. La metodología empleada para la limpieza del material fue la siguiente.

- ★ Primeramente se enjuagaba el material con agua grado bidestilada.
- ★ Posteriormente se llenaba o se ponía a remojar dentro de la mezcla sulfocromica durante todo un día.
- ★ Pasado el día se le retiraba de la mezcla sulfocrómica y se enjuagaba de nueva cuenta con agua bidestilada.
- ★ Esto se realizaba hasta que se estuviera seguro de que no contenía residuos de la mezcla sulfocromica, para ello se utilizaba un pHmetro electrónico para monitorear que el pH de las muestras con las cuales se enjuagara fuera igual al medido al agua bidestilada pura.
- ★ Finalmente se metía a secar dentro de la estufa a una temperatura de 100 ° C durante 30 minutos.

Este proceso se realizó para cada uno del material de vidrio utilizado durante toda la experimentación.

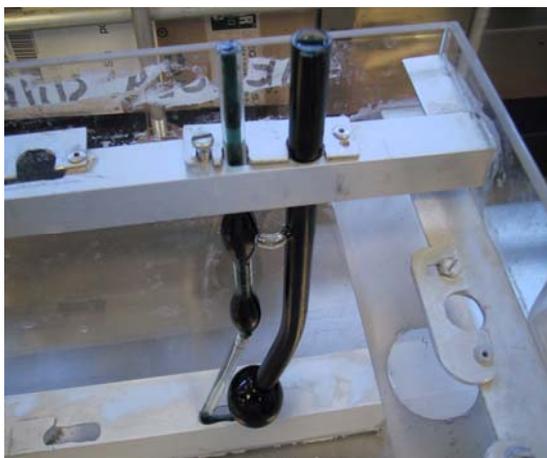


Fig. 5.2. Viscosímetro Cannon Fenske con mezcla sulfocrómica.

5.2 Materiales

Termómetro

El termómetro digital fue adquirido por la UDLA, esto fue debido a que uno de los objetivos iniciales era determinar propiedades con una temperatura de dos dígitos y la UDLA no contaba con uno de tales características. Sin embargo esto no se pudo lograr debido a que no se logro controlar la temperatura a dos dígitos el tiempo suficiente para que la el baño, recipiente en el cual se colocaron a calentar los viscosímetros y densímetros, y la muestra alcanzaran el equilibrio térmico. Es por ello que se decidió trabajar con una temperatura a un sólo dígito. El termómetro es electrónico de marca Cole Parmer de dos dígitos tiene una resolución de 0.01 ° C de -50.00 ° C a 99.99 ° C contiene 6 sensores de platino con una desviación estandar de 0.003850 los sensores están diseñados para la medición de temperatura a distintas características en este caso se utilizo el sensor RTD General 08117-70, el cual es útil para superficies en general.



Fig.5.3. Termómetro digital de un dígito con sensor de platino.

Todos los aparatos para medir son una fuente potencial de errores sistemáticos siendo los errores sistemáticos aquellos que influyen en la exactitud de los resultados(Skoog, West, Holler y Crouch, 2001). Debido a ésto y a que todos los datos a determinar serían función de la temperatura y considerando el efecto que tiene la temperatura en la viscosidad de los líquidos era necesario la calibración

del termómetro antes mencionado. La calibración se llevó a cabo en el Instituto Mexicano del Petróleo(IMP). Para dicha calibración se utilizó el termómetro Systemtechnik del IMP así como el nuestro con el sensor a utilizar el 08117-70. El proceso de calibración fue el siguiente: se fijó que la calibración de nuestro termómetro se realizaría en temperaturas de 5 en 5 de 30 ° C a 70 ° C ya que era en este rango el cual se estaría trabajando, primeramente se esperaba a que se estabilizara la temperatura fijada del termómetro del IMP una vez estabilizada se tomaban 5 lecturas de ambos termómetros cada minuto a una temperatura fija, el proceso se repitió para cada una de las temperaturas. Posteriormente se realizó una comparación con la ayuda de Excel en la cual se graficaban las temperaturas promedio del IMP contra la de nuestro termómetro posteriormente a la gráfica se le realizó una regresión lineal y el resultado se muestra en la siguiente figura.

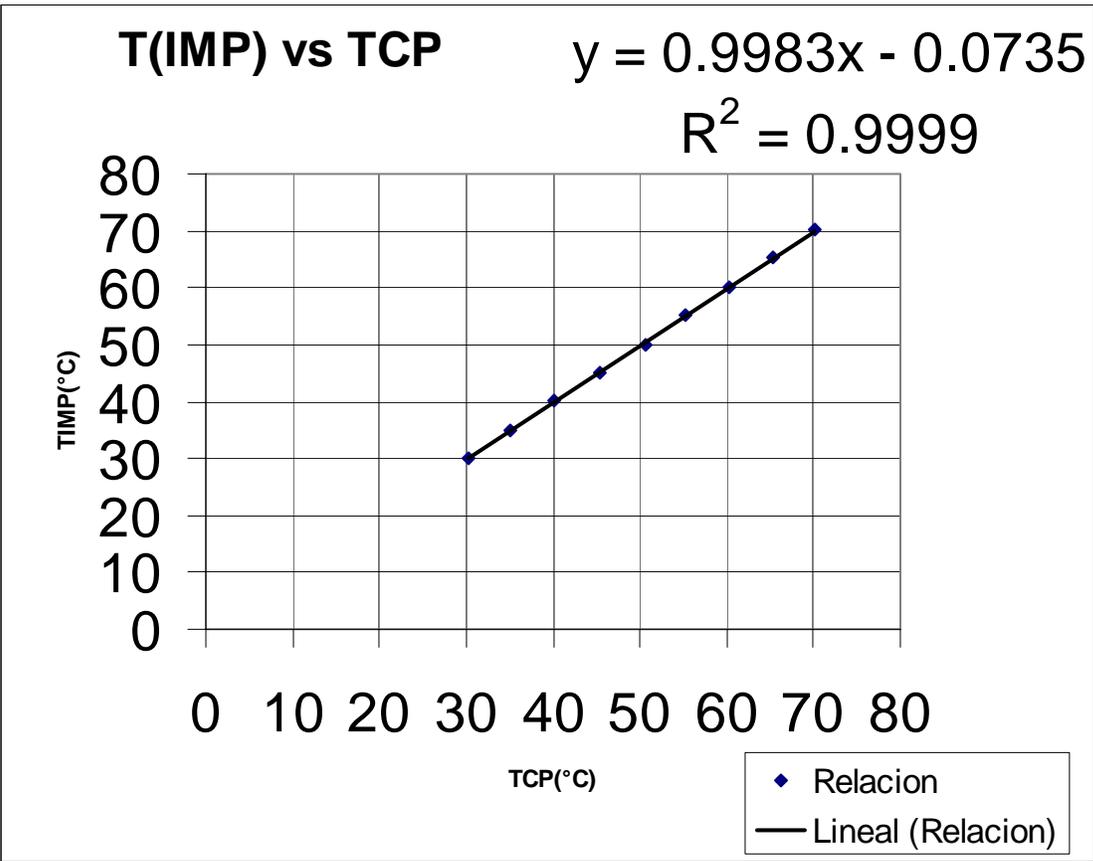


Fig. 5.4. Gráfica para la calibración del termómetro.

Donde el eje de las y representa la temperatura registrada por el termómetro del IMP y el del eje de las x la del termómetro propio, podemos observar que la relación se aproxima a una relación uno a uno, sin embargo aunque la relación es muy buena no es uno a uno lo que significa que hay variaciones entre ambas temperaturas. Esto nos llevo a realizar calculo de temperatura equivalente a la hora de realizar la experimentación a una temperatura fija. El calculo se llevo a cabo con la ayuda de la ecuación de regresión es decir se sustituía la temperatura deseada en el valor de y se despejaba la x para saber a que temperatura equivalía en nuestro termómetro, la cual se fijaba en el Set-Point del recirculador con resistencia.

Perlas de Ebullición

Se adquirieron perlas de ebullición las cuales son esferas de plástico que ayudan a retener calor y no permitir que este se escape del sistema es decir sirven como una especie de aislante ya que el plástico no es buen conductor. Se colocaron debido a que el baño en el cual se colocarían los instrumentos de medición con las muestras llevaría una abertura en la parte de arriba por lo cual las perlas ayudaban a que el calor no se escapara por la parte de arriba dificultando la estabilización de la temperatura deseada.



Fig. 5.5. Perlas de ebullición.

Construcción del baño de calentamiento

De mucha importancia era el construir un baño de calentamiento que cumpliera con los requisitos que se requerían que eran, que el baño debía ser de un material transparente al menos en la parte en la cual se tomarían las mediciones del viscosímetro Cannon Fenske, así también el baño debía tener el suficiente espacio para dar cabida al recirculador con resistencia y a los instrumentos con los cuales se llevaría a cabo la medición. Se construyó un baño de acrílico de 6 mm de grosor de 35*20*25 cm a este baño se le colocaron soportes de aluminio para sostener tanto los viscosímetros como los picnómetros dentro del baño estos soportes fueron diseñados para que los instrumentos y la muestra dentro de ellos tuvieran el máximo contacto con el agua del baño de calentamiento para así permitir que la muestra alcanzara el equilibrio térmico con el agua.

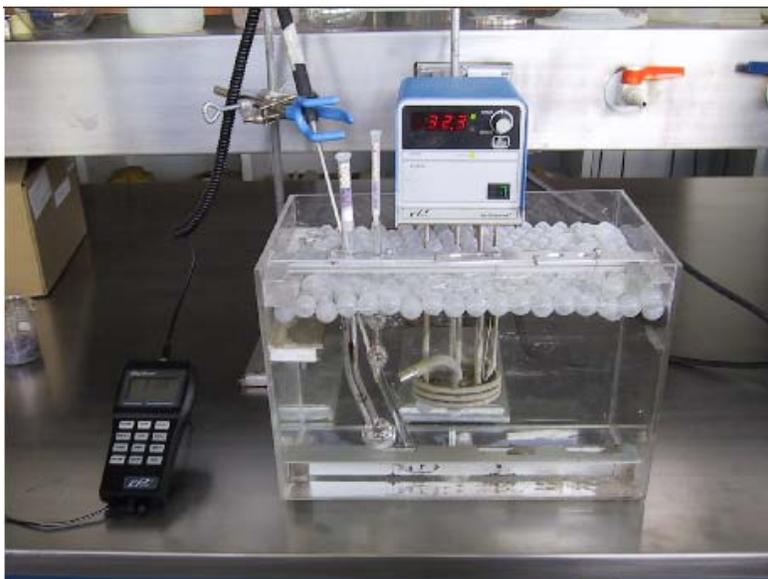


Fig.5.6. Baño de calentamiento de 35*20*25 cm.

Posteriormente se construyó un segundo baño cuadrado igualmente de acrílico con un espesor de 12 mm y con dimensiones 18*20*25 cm. en este caso los soportes para sostener los viscosímetros Cannon Fenske eran distintos se realizó una tapa del mismo material de acrílico con orificios circulares donde se

colocaban unos tapones de hule diseñados para que en ellos se introdujeran las dos bocas del viscosímetro Cannon-Fenske, el propósito al realizar este segundo baño era que al tener una menor capacidad de volumen permitiría una mejor retención del calor así como un menor tiempo de espera en la estabilización de la temperatura con la cual se iba a trabajar. Sin embargo, no fue utilizado debido a que los viscosímetros no se sostenían adecuadamente, mientras que los soportes de aluminio del primer baño con lo cual se decidió trabajar con el primer baño.



Fig. 5.7. Baño de calentamiento de 18*20*25 cm.

Viscosímetros

Basándonos en los artículos de referencia y debido a que los viscosímetros de tubo capilar son más precisos que los rotacionales o los de caída de esfera se decidió trabajar con los viscosímetros tipo Cannon Fenske los cuales contaba con ellos la UDLA, los que se tenían eran del número 350.



Fig. 5.8. Viscosímetro Cannon-Fenske.

Densímetro

Igualmente basándonos en los artículos de referencia y además de que la UDLA contaba con ellos se decidió ocupar picnómetros Gay Lussac con capacidad de 25 mL aproximadamente.

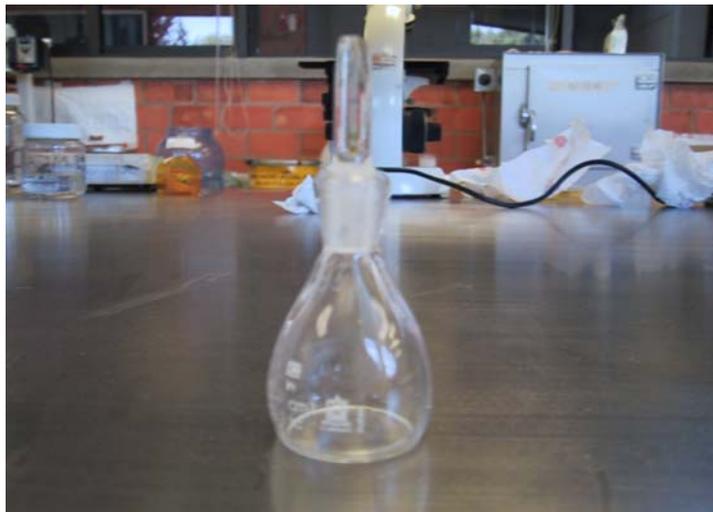


Fig. 5.9. Picnómetro Gay Lussac.

Equipo de Destilación

Conseguir una buena pureza para la alcanolamina es importante ya que entre más pura la sustancia mayor es la confiabilidad en los datos así como mayor es la exactitud en los mismos, es por ello que se decidió destilar la sustancia a utilizar que en este caso fue la Dietanolamina (DEA), para ello se consiguió un equipo de destilación aportado por el almacén de la UDLA es el equipo es de 24/40 y es especial para una destilación a vacío se decidió destilar a vacío para bajar los puntos de ebullición los cuales para las alcanolaminas son muy altos tan solo en el caso de la DEA es de 268 ° C. El proceso de destilación fue el siguiente:

- ★ se lavó perfectamente todo el equipo a utilizar con mezcla sulfocrómica y agua bidestilada.
- ★ Una vez limpio el material se paso a colocar e instalar así como conectarlo al equipo de vacío.
- ★ El vacío con el cual se trabajó fue de 58 mmHg con una presión barométrica de 599 bars, una temperatura de 26 ° C y un % de humedad de 54.
- ★ Con estas condiciones, se realizó la destilación la cual después de 4 horas se detuvo para recoger la muestra, agregarla en un frasco ámbar y almacenarla para su posterior determinación de pureza.

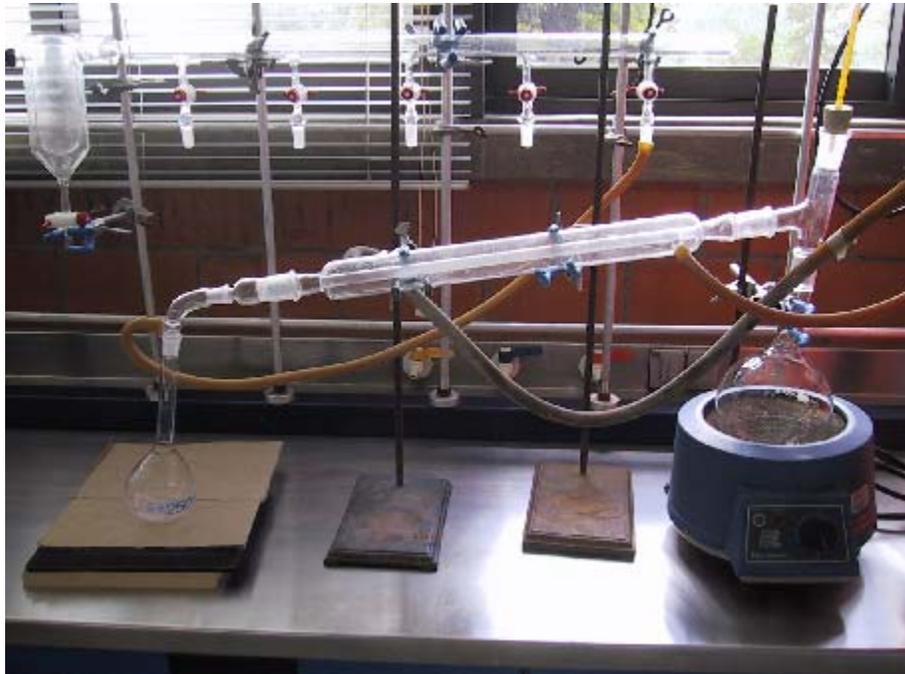


Fig.5.10. Equipo de Destilación a vacío.

Recirculador con resistencia

Se realizaron pruebas con distintos recirculadores con resistencia para ver cual de todos satisfacía las necesidades para el proyecto, se requería de un recirculador con resistencia el cual lograra controlar una temperatura con un solo dígito durante un tiempo mínimo de 30 minutos ya que es el tiempo en el cual puede alcanzar el equilibrio térmico la muestra dentro de los instrumentos con el agua dentro del baño, principalmente en el caso del picnómetro. Finalmente el recirculador empleado fue el recirculador marca Cole Parmer fabricado en Estados Unidos de America con calentamiento modelo 12112-10 con un solo dígito y sin enfriamiento.



Fig.5.11. Recirculador con resistencia digital de un dígito.

Elección de datos de referencia

Apoyándonos en los artículos de referencia obtenidos era necesario escoger de entre los datos con los que contaba el artículo, unos a reproducir estos debían estar dentro del rango en que fue calibrado el termómetro así como se debían escoger tanto para la densidad como para la viscosidad. Se decidió que se trabajaría para una muestra 20 % masa de DEA a las temperaturas de 40.0 ° C y 60.0 ° C ya que en dos artículos venían reportados estos datos, los datos que se escogieron como referencia son de los artículos (Chih-Hao y Meng Hui Li, 1997).

Reproducción de primeros datos

Escogidos los datos de referencia se procedió a reproducirlos para la viscosidad al 20 % masa DEA y para una temperatura de 60.0 ° C. La metodología fue la siguiente:

- ★ Se trabajó con la DEA que no fue destilada ya que aun no teníamos los datos de pureza, así se pesó la DEA dentro de un vaso de precipitado de 120 mL en una balanza analítica de 4 dígitos el peso de la DEA fue de 20.0099 g.
- ★ Se añadió agua bidestilada hasta alcanzar un peso de 100.0021 g.
- ★ Se mezcló con una varilla de vidrio y se le agregó al viscosímetro Cannon Fenske tipo 350 la cantidad de 4 cm³ con la ayuda de una perilla se succiono la muestra hasta pasando las marcas de medición del viscosímetro.
- ★ Inmediatamente después, con la ayuda de la perilla se bajó el líquido a presión durante todo el paso de la muestra por las marcas y al mismo tiempo se tomó la medición del tiempo transcurrido del paso de la muestra entre las dos marcas de medición.

Los resultados de tiempos obtenidos fueron los siguientes para 10 mediciones.

T = 60.0 ° C	
No. Prueba	Tiempo(min.)
1	0.111
2	0.063
3	0.076
4	0.064
5	0.075
6	0.048
7	0.052
8	0.047
9	0.047
10	0.047

Tabla 5.1. Tiempos a 60.0 ° C para 20 % DEA

- ★ Obteniendo un promedio de estos tiempos y convirtiéndolos a segundos se sustituyo en la siguiente formula:

$$\nu = k * t \quad (5.1)$$

donde ν es la viscosidad cinemática en $m^2 * s^{-1}$, k es una constante del viscosímetro a la temperatura de trabajo en $m^2 * s^{-2}$ y t es el tiempo en segundos. Como en los artículos la viscosidad que se reporta es la absoluta, el valor obtenido anteriormente se convierte a unidades absolutas (mPa*seg) multiplicando la viscosidad cinemática por la densidad a las mismas condiciones experimentales la densidad en (g/ cm³).

Los resultados de esta primera obtención de datos comparados con los datos reportados se muestran en la tabla 5.2.

η /(mPa*s)			
20 % masa DEA			
T / ° C	Rinker(1994)	Hsu-Li(1997)	Este trabajo
60	1.304	1.28	0.014

Tabla 5.2. Datos de viscosidad absoluta propios y reportados.

Los resultados de Rinker y Hsu-Li tienen una desviación del $\pm 0.003\%$, el error relativo de este proyecto con respecto a Rinker fue del 98 % y con respecto a Hsu-Li fue también de 98 % un error relativo alto y existían muchos errores en la forma de llevar a cabo la experimentación. Así, se dió a la tarea de detectar posibles errores en la metodología de trabajo. Los errores detectados fueron los siguientes.

- 1) Primeramente el viscosímetro utilizado para estas mediciones era del tipo de 350 y observando en los artículos, consultando con el IMP así como en la hoja de especificaciones del viscosímetro Cannon Fenske nos dimos cuenta que los viscosímetros recomendables para el trabajo con la DEA eran del tipo o tamaño de capilar de 25, 50 y 75 como se muestra en el cuadro adjunto tomado de la hoja de especificaciones del viscosímetro Cannon Fenske.

Tamaño	Rango(cSt)
50	0.8-4
75	1.6-8
100	3.0-15.0
350	100-500

Tabla 5.3. Rango de viscosidades para distintos tamaños de capilar para Cannon Fenske.

- 2) Así también una fuente de error era que la muestra una vez succionada dentro del viscosímetro se dejaba caer con la ayuda de la perilla de succión es decir se le aplicaba presión y la muestra no se dejaba caer con la acción de la gravedad misma que es la forma correcta de utilización.
- 3) El volumen de muestra que se le estaba añadiendo al viscosímetro era de 4 cm³ y el correcto recomendado en la hoja de especificaciones era de 7 cm³.
- 4) Así también a la hora de realizar las mediciones el tubo de ventilación del viscosímetro se dejaba completamente abierto a la atmósfera esto afectaba ya que la DEA es muy reactiva con el CO₂ presente en la atmósfera así también absorbe mucha humedad lo que afecta en su composición.
- 5) Estas mediciones se realizaron antes de la calibración del termómetro por lo que la temperatura fijada en el set-point del recirculador con resistencia no era realmente la que se deseaba para el trabajo.
- 6) Por último, el peso de la solución preparada no correspondía exactamente a una composición del 20 % ya que no se pesaba la cantidad de 20.0000 g en la balanza.

Determinación de pureza de los reactivos

La determinación de la pureza de la Dietanolamina sustancia con la cual se estaba trabajando no se había llevado a cabo hasta el momento de obtener los primeros datos, y sólo se tomaba en cuenta la reportada por la hoja de especificaciones de la sustancia la cual registraba una pureza del 99.66%. Sin embargo era muy importante corroborar este dato para darle mayor confiabilidad a los datos obtenidos. La determinación de pureza se planeó desde el principio del trabajo mediante la cromatografía de gases ya que es un buen método para dicho fin además de que se acababa de adquirir una columna para dicho fin por parte del Departamento de Ingeniería Química y Alimentos de la UDLA. La columna que se adquirió tiene las siguientes características. Es una columna capilar

específicamente diseñada para el análisis de aminas, trabaja en un rango de temperatura límites de 60 ° C a 240 ° C.

Gracias a una hoja de condiciones de columna obsequiada por el IMP se sabía de inicio bajo que condiciones trabajaría la columna dicha hoja se muestra a continuación.

Columna cromatografía Supelcowax 10	
Dimensiones	30 m*0.32 mm y 0.25 micrones de espesor de película
Fase estacionaria	Polietilenglicol
Material	Sílice
Condiciones de Operación	
Fase Móvil	Helio, 6 cm ³ /min
Temp. Inicial	100 ° C
Tiempo Inicial	1.5 min.
Incremento Temp.	40 °C/min
Temp. Final	220 ° C
Tiempo Final	2 min.
Temp. Inyector	280 ° C
Temp. Detector	280 ° C

Tabla 5.4. Características de la columna y condiciones de cromatógrafo utilizadas en el IMP.

Antes de realizar la determinación hubo un problema y era que la columna no traía férulas para su instalación y la UDLA no contaba con ellas, es por ello que se tuvo que realizar el pedido de las mismas con la ayuda del Departamento de Ciencias Químico Biológicas de la UDLA, las férulas se compraron en un paquete que contenía 10 piezas las férulas eran de Vespel material adecuado ya que es mas resistente que las férulas de grafito. Una vez tenidas las férulas, se presentó otro problema y era que la columna no traía incluido algún cromato grama de referencia por lo que se tuvo que conseguir en los manuales del almacén de materiales de la UDLA en lo que a cromatografía de gases se refiere y en la sección de Aminas. Así también se pidió la hoja de especificaciones de la columna

capilar adquirida al proveedor en este caso Agilent, la hoja fue proporcionada vía correo electrónico.

Una vez que se consiguió y compro todo lo anterior, se procedió a su instalación en el LA 107 Laboratorio de Análisis Instrumental , la columna fue instalada en el cromatógrafo de gases a las condiciones recomendadas por la Hoja de condiciones de la columna proporcionada por el IMP.

Sin embargo revisando la hoja proporcionada por Agilent la cual marcaba como temperatura máxima de trabajo para la columna de 240 ° C se determino que no se podía utilizar la columna capilar adquirida ya que el punto de ebullición de la DEA es de 268 ° C con lo cual resultaba imposible trabajar con la columna que nosotros teníamos, así se opto por determinar la pureza con la columna empacada de la UDLA con las siguientes condiciones:

Temp. Columna	240 ° C
Temp. Inyector	240 ° C
Temp. Detector	240 ° C

Tabla.5.5 Condiciones y características de la columna empacada.

Una vez fijadas las condiciones anteriores, se dejó calentar el equipo durante una hora. Una vez listo para trabajar con la ayuda de jeringas de cromatografía para gases se inyectó 1 microlitro de DEA destilada, el tiempo de espera fue de 5 minutos y el cromatógrafo no detectó ninguna señal, se concluyó que el problema había sido que no se había agregado suficiente muestra debido a la alta viscosidad de la DEA. Fue entonces que se tomó la decisión de diluir la DEA destilada con Metanol (50/50) para ver si la viscosidad era el problema, se tomó de nueva cuenta otro microlitro y se inyectó se esperó el mismo tiempo y el cromatógrafo apenas si detectó una señal demasiado débil casi imperceptible. Se decidió entonces no seguir diluyendo ya que si se quería determinar la pureza de la sustancia diluir no era la opción.

Otra posible solución que se le busco al problema fue la de calentar la sustancia para que así disminuyera su viscosidad y entonces agregar una cantidad necesaria lo suficiente como para que el detector la detectará así con ayuda de una parrilla de calentamiento con agitación se calentó la muestra y se observo que la inyección mejoraba con respecto a las anteriores. El esfuerzo fue en vano ya que seguía existiendo el problema de la temperatura en la columna empacada cuyo máximo de trabajo era inferior al punto de ebullición de la DEA con lo cual se podría causar un daño al columna.

La opción del cromatógrafo se hizo a un lado debido a los problemas con la columna entonces se pensó en otro método para la determinación de la pureza tanto de la DEA sin destilar como de la destilada. Finalmente la pureza fue determinada en Bayer en la ciudad de Toluca Edo. De México(ANEXO 1). el método mediante el cual se determino la pureza fue mediante el método de la Titulación y la metodología seguida fue la siguiente:

Se titulo con ácido clorhídrico 1.0514 N, el indicador empleado fue naranja de metilo.

- ★ Se peso 2 g. De DEA
- ★ Se anoto el peso
- ★ Se le adiciono agua
- ★ Se le puso dos gotas de indicador
- ★ Se titulo
- ★ Se anoto la cantidad del volumen de titulante
- ★ Finalmente se determino la pureza

Los cálculos correspondientes y la fórmula que se aplicó fueron:

DEA sin destilar

Vol. Titulante = 22.4 ml

N = 1.0209

meq. =0.101514

Peso Muestra =2.4281 g.

% pureza =(Vol. Tit.*N*meq.*100)/muestra(g.)=99.02 %

DEA Destilada

Vol. Titulante = 18.7 ml

N = 1.0209

meq. =0.101514

Peso Muestra =2.0393 g.

% pureza =(Vol. Tit.*N*meq.*100)/muestra(g.)=98.42 %

Como se puede observar la pureza de la DEA destilada es menor que la de sin destilar lo cual nos indican fallas en el proceso de destilado, fue entonces que se tomo la decisión de trabajar con la de mayor pureza con la cual se contaba que en este caso era la de sin destilar al 99.02 % de pureza.

Mejoras en la Metodología

Con los errores detectados anteriormente en la primera obtención de datos se decidieron tomar las siguientes medidas.

- 1) Se compró por parte del departamento de Ingeniería Química y Alimentos de la UDLA 2 Viscosímetros Cannon Fenske nuevos de tamaño de capilar

50 y 100 los cuales cubren rangos de viscosidad dentro de los cuales se encuentran los de la DEA.

- 2) La muestra una vez succionada dentro del viscosímetro se dejaría que cayera con la ayuda de la gravedad.
- 3) La cantidad de muestra que se le añadiría sería de 7 cm^3 .
- 4) Se construyeron dos tubos con material adsorbente para evitar el contacto entre la muestra dentro del viscosímetro y la atmósfera. Los tubos fueron de jeringas nuevas en las cuales se les adicionaba algodón primeramente para evitar que las sustancias adsorbentes cayeran y contaminaran la muestra a través de los tubos, posteriormente se le agrego silica gel la cual fue previamente secada durante una hora y posteriormente desecada en el desecador durante otra hora mas esto con el fin de que quedara lista para su utilización, la silica gel es un material adsorbente de humedad con lo cual ayudaría bastante, finalmente en la parte de arriba del tapón se colocó la malla molecular material igualmente adsorbente de humedad y el cual también ayudaría a evitar el contacto de la muestra con la atmósfera y evitar que reaccionara con el CO_2 , el material empleado es poroso por lo que deja pasar el aire perfectamente pero ya sin contaminantes que era la finalidad. Fueron construidos dos tubos para ambas bocas del viscosímetro las medidas de las jeringas empleadas fueron de 1 mL y 3 mL de capacidad.
- 5) Antes de trabajar, se realizaron los cálculos pertinentes con la ayuda de la ecuación de calibración del termómetro para saber qué temperaturas se debían fijar en el set point del recirculador con resistencia, para este caso las temperaturas con las cuales se pretendía obtener los nuevos datos eran de $40.0 \text{ }^\circ\text{C}$ y $60.0 \text{ }^\circ\text{C}$, de estas temperaturas las que se debían fijar en el set point eran $40.1 \text{ }^\circ\text{C}$ y $60.1 \text{ }^\circ\text{C}$ respectivamente.
- 6) Con la ayuda de un soporte hecho en el taller de la universidad se alineó una ligera desviación en la verticalidad del viscosímetro el cual es importante esté perfectamente alineado.

5.3 Metodología

Con las medidas tomadas anteriormente se procedió de nueva cuenta a obtener de nueva cuenta datos tanto de viscosidad como de densidad para una solución DEA-Agua al 20 % Masa de DEA y para las temperaturas de 40.0 ° C y 60.0 ° C.

Medición de la Viscosidad

- ★ Se agregó al baño agua bidestilada de tal manera que cubriera casi toda la capacidad del baño para así cubrir con el agua la mayor superficie posible del viscosímetro que en este caso fue el de tamaño capilar 50.
- ★ Se colocó el recirculador con calentamiento y se fijaron las temperaturas tanto de 40.1 ° C y posteriormente de 60.1 ° C esperando a que este se estabilizara lo cual ocurría en el espacio de una hora y media.
- ★ Así también se colocaron las perlas de ebullición de tal manera que cubriera toda la superficie superior del baño y no dejara ningún espacio descubierto.
- ★ Se preparó la solución en frascos de plástico con capacidad de 250mL previamente lavados, a este frasco se le agrego la DEA sin destilar y fue pesado en la balanza analítica del LB 101 el peso de la DEA fue de 20.0516 g. Se realizaron cálculos pertinentes a fin de determinar la cantidad de agua bidestilada que se le debía adicionar para que la DEA estuviera en proporción del 20 % masa y el la cantidad de agua bidestilada que se le debía adicionar era de 80.2419 g, se trato de adicionar la cantidad sin embargo el peso total de la solución fue de 100.3007 g por lo que se tuvo que realizar un calculo de corrección y así se determino que la composición a la cual verdaderamente se estaría trabajando seria de 19.9914 % masa de DEA.

- ★ Una vez preparada la solución se le agrego 7 mL al viscosímetro previamente colocado en el baño con soportes de aluminio con la ayuda de una pipeta de 10 mL de capacidad.
- ★ El viscosímetro se tapo en sus dos bocas con la ayuda de los tapones previamente construidos con el material adsorbente adherido . Se espero alrededor de 20 minutos para que alcanzara el equilibrio térmico.
- ★ Una vez llegado el momento se retiro el tapón de la jeringa de 1 mL del tubo con capilar y se coloco la perilla con la perilla se succiono la muestra de tal manera que llegara a la mitad de la bola de entrada.
- ★ Posteriormente se retiro la perilla del tubo con capilar y se coloco inmediatamente de nueva cuenta el tapón, se espero a que la muestra bajara, cuando el nivel de la muestra llego a la marca anular superior de medida de comenzó a tomar el tiempo con ayuda de un cronometro y se espero hasta que el nivel de la muestra toco la marca anular inferior de medida en ese momento el cronometro se paro y se registro el tiempo transcurrido de paso del nivel de la muestra entre la marca anular superior de la muestra y la marca anular inferior de la muestra.
- ★ El mismo procedimiento se llevo a cabo para ambas temperaturas. Y el numero tomado de mediciones para cada una fue de 10 para el calculo se siguieron los mismos pasos establecidos en la primera metodología.

Medición de la Densidad

- ★ Para la determinación de la densidad, se utilizó un picnómetro Gay Lusacc de 25 mL aproximadamente el cual fue previamente lavado y llevado a peso constante.
- ★ Se agrego parte de la solución de manera que el picnómetro se llenara completamente y se le coloco la tapa, la sustancia se regó, se limpió con

papel evitando el contacto con el picnómetro para ello siempre que se manipulo el picnómetro se usaron guantes de látex.

- ★ El picnómetro se colocó dentro del baño y se espero que alcanzara el equilibrio térmico para ello se dejo antes de tomar la medición 25 minutos, la sustancia dentro del picnómetro comenzó a regarse durante este tiempo ya que el volumen de la muestra aumentaba conforme aumentaba la temperatura.
- ★ Una vez alcanzado el equilibrio, se retiró del baño, se secó perfectamente con papel, el nivel del líquido dentro del picnómetro disminuyó debido a que fué expuesto a una temperatura menor en este caso la temperatura ambiente, el picnómetro se pesó dentro de la balanza y se registró el peso.
- ★ Es importante mencionar que previamente se determino el volumen verdadero del picnómetro esto se hizo agregando agua bidestilada al picnómetro pesándolo y registrando la temperatura ambiente a la hora del pesado, una vez tenidos estos datos además del peso del picnómetro vacío se busco cual era la densidad del agua a la temperatura a la cual se peso el picnómetro así teniendo esta temperatura reportada (Perry, 2001). se determino mediante la formula de la densidad la cual es la masa entre el volumen, el volumen verdadero del picnómetro a utilizar fue de 25.8331 mL.
- ★ Una vez teniendo el peso de la muestra se dividió entre el volumen anterior y se obtuvo la densidad.

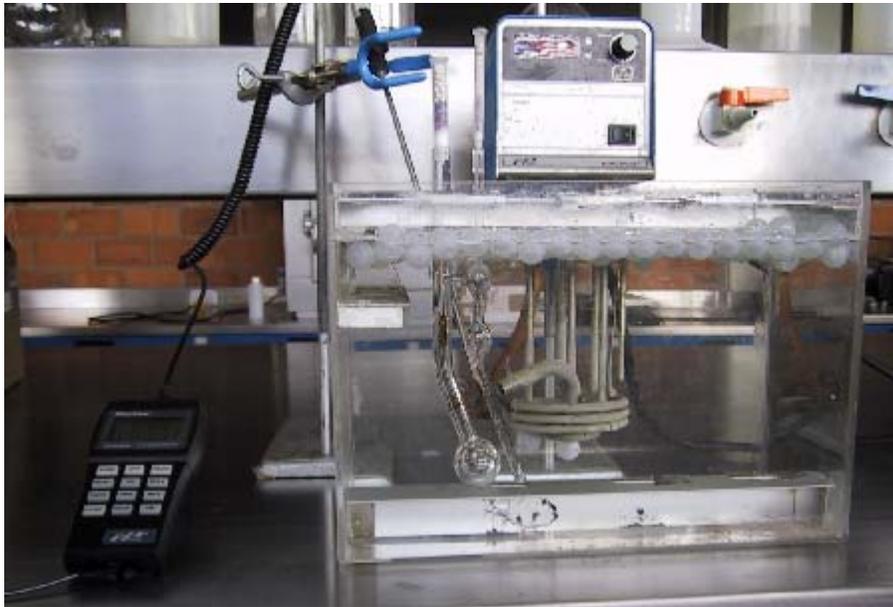


Fig.5.12. Equipo de trabajo.