

M
660.2842
P 831
c 2
c

UNIVERSIDAD TECNICA FEDERICO SANTA MARIA
FACULTAD DE INGENIERIA
DEPARTAMENTO DE PROCESOS QUIMICOS



DETERMINACION DE LA VELOCIDAD DE TRANSFERENCIA
DE MASA EN EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO DE COBRE

TRABAJO DE TITULACION
PARA OPTAR AL TITULO DE
INGENIERO DE EJECUCION
QUIMICO MENCIÓN CONTROL

Prof. Guía:
Dr. Gerardo Riquelme D.

M
660.28424
P 831
c 2

MARIA SOLEDAD POPPER OPAZO
- Junio 1986 -

M-7148 02 NICA
M-7148 c2

AGRADECIMIENTOS

Mi más amplia gratitud a todas aquellas personas que colaboraron de alguna u otra forma en la elaboración y término de este trabajo, muy especialmente:

- Al Dr. Gerardo Riquelme por su ayuda, paciencia y entusiasmo por ver finalizado este trabajo.

- Al Sr. Roberto Urrutia y personal del Laboratorio de Operaciones Unitarias por su buena voluntad y predisposición para atender cualquier problema presentado.

- A los compañeros de laboratorio por su grata compañía y gran apoyo moral de ellos recibidos.

A mis queridos padres
Byron y Margarita
y a mi adorado esposo
Luis.

RESUMEN

El presente trabajo tiene como objetivo determinar los coeficientes de transferencia de masa para el sistema Cobre-Acorga P-5100 en la etapa de extracción líquido-líquido y aportar con nuevos datos al proyecto de investigación que estudia los fenómenos fundamentales asociados a la extracción de cobre.

La técnica experimental empleada corresponde a la denominada "técnica de la gota simple". La extracción de cobre se estudia en ambos sentidos : desde y hacia la gota, empleándose los sistemas de gota ascendente y descendente.

Se trabaja con una solución acuosa de sulfato de cobre de 12 (g/l) a pH 1,6. El líquido orgánico utilizado corresponde al agente extractante P-5100, diluído en Escaid 100 al 26 % en peso.

El sistema se mantiene a 25 (°C) para todas las experiencias realizadas. Los diámetros de gota empleados son de 0,28 y 0,38 (cm). Se trabaja con tiempos de formación de gota de 1,5 y 4,0 (seg). Las mediciones se realizan para tiempos de residencia de la gota en la columna entre 0,5 y 19 (seg).

Los coeficientes de transferencia de masa globales para cobre, obtenidos experimentalmente, fluctúan entre 4,6 y 5,6 10^{-4} (cm/seg) para gota ascendente y entre 2,3 y 6,0 10^{-4} (cm/seg) para gota descendente.

Debido a que actualmente no se conoce con certeza el valor de la difusividad del complejo de cobre, no es posible realizar una comparación entre los resultados experimentales y aquellos obtenidos de ecuaciones empíricas. Sin embargo, se entrega el valor de los coeficientes de transferencia de masa empíricos y la importancia relativa de las resistencias difusionales y cinética sobre la transferencia total de cobre, en función de esta difusividad, en un rango que varía entre 10^{-7} y 10^{-5} (cm^2/seg).

Adicionalmente, se determina que la etapa de formación de la gota es altamente significativa por la velocidad con que se realiza la transferencia de cobre en este período y por la alta influencia que tiene la turbulencia generada en esta etapa en los períodos de ascenso o descenso.

INDICE

INTRODUCCION		1	
CAPITULO I	:	ANTECEDENTES TEORICOS	4
		1.1. Coeficientes de transferencia de masa	4
		1.2. Coeficientes de transferencia de masa empíricos	11
		1.2.1. Coeficientes de transferencia de masa empíricos para la fase dispersa	12
		1.2.2. Coeficientes de transferencia de masa empíricos para la fase continua	15
		1.3. Coeficientes de transferencia de masa experimentales	18
CAPITULO II	:	TRABAJO EXPERIMENTAL	20
		2.1. Descripción del equipo	20
		2.1.1. Disposición del equipo para medición de gota ascendente	20
		2.1.2. Disposición del equipo para medición de gota descendente	22
		2.1.3. Disposición del equipo para medición del diámetro de gota	24
		2.1.4. Accesorios	24
		2.1.4.1. Sistema de válvulas	24

2.1.4.2. Agujas	24
2.1.4.3. Termómetros	25
2.2. Procedimiento Experimental	25
2.2.1. Medición con gota ascendente	25
2.2.2. Medición con gota descendente	26
2.2.3. Medición del diámetro de gota	27
2.3. Medición y control de las variables	28
2.3.1. Tiempo de formación	28
2.3.2. Tiempo de residencia	28
2.3.3. Control de la temperatura	29
2.3.4. Medición del diámetro de gota	29
2.3.5. Control del nivel y tamaño de la interfase	29
2.4. Descripción del trabajo experimental	30

CAPITULO III	:	RESULTADOS	32
3.1. Resultados experimentales			32
3.1.1. Correlación de los datos experimentales			32
3.1.2. Velocidad de extracción de cobre			34
3.1.3. Cálculo de los coeficientes de transferencia de masa experimentales			36

	3.2. Resultados empíricos	37
	3.2.1. Cálculo de los coeficientes de transferencia de masa para fase dispersa	38
	3.2.2. Cálculo de los coeficientes de transferencia de masa para fase continua	38
	3.2.3. Cálculo de los coeficientes de transferencia de masa globales empíricos	38
CAPITULO IV	: ANALISIS DE RESULTADOS	46
CAPITULO V	: CONCLUSIONES	54
NOMENCLATURA		56
REFERENCIAS		59
APENDICE A	: MEDICIONES EXPERIMENTALES	60
APENDICE B	: SEGUNDO AJUSTE DE DATOS EXPERIMENTALES	76
APENDICE C	: CURVA DE EQUILIBRIO SISTEMA COBRE - ACORGA P-5100	85
APENDICE D	: PROPIEDADES FISICAS	87
APENDICE E	: EMPLEO DE LA ECUACION EXPERIMENTAL	89

APENDICE F	:	EMPLEO DE LAS ECUACIONES EMPIRICAS	90
		1. Cálculo de la velocidad terminal de las gotas	90
		2. Correlación empírica para la fase continua	93
		3. Correlación empírica para la fase dispersa	93
		4. Cálculo de la pendiente m'_x	95
APENDICE G	:	PREPARACION DE SOLUCIONES	98
		1. Soluciones utilizadas en las experiencias	98
		1.1. Solución de sulfato de cobre de 12 (gr/l)	98
		1.2. Solución extractante al 26 % en peso de Acorga P-5100	98
		2. Soluciones para análisis de muestras	99
		2.1. Solución ácida de despojo	99
		2.2. Solución de tiosulfato de sodio 0,15 N	99
		2.3. Soluciones de amoníaco y ácido acético al 25 % en volumen	99
		2.4. Solución de bicarbonato de sodio 0,05 N	99
APENDICE H	:	ANALISIS DE MUESTRAS	100
		1. Análisis de muestras orgánicas	100
		2. Análisis de muestras acuosas	101
		3. Determinación del pH	102

INDICE DE TABLAS

Tabla 1	: Resumen de experiencias	31
Tabla 2	: Constantes a y b correspondientes a las rectas [Cu] versus tiempo de residencia	33
Tabla 3	: Velocidad de extracción	35
Tabla 4	: Coeficientes de transferencia de masa experimentales	36
Tabla 5	: Coeficientes de transferencia de masa empíricos para fase dispersa	40
Tabla 6	: Coeficientes de transferencia de masa empíricos para fase continua	42
Tabla 7	: Coeficientes globales de transferencia de masa empíricos	44
Tabla 8	: Influencia relativa de las resistencias difusionales y cinética sobre la resistencia a la transferencia de masa global	47
Tabla 9	: Cantidad de cobre extraído durante los períodos de formación de la gota y de residencia en la columna	50
Tabla 10	: Velocidad terminal en función del diámetro de gota	92
Tabla 11	: Integración del tiempo de residencia	95

INDICE DE FIGURAS

Figura 1	:	Proceso de extracción de cobre	1
Figura 2	:	Perfiles de concentración en la interfase	5
Figura 3	:	Gradientes de concentración	7
Figura 4	:	Disposición del equipo para medición de gota ascendente	21
Figura 5	:	Disposición del equipo para medición de gota descendente	23
Figura 6	:	Curva de equilibrio sistema cobre-Acorga p-5100 en Escaid 100	85
Figura 7	:	Regímenes geométricos para gotas sometidas a la acción de un campo gravitatorio	91

INDICE DE GRAFICOS

- Gráficos 1-4 : Concentración de cobre en la fase orgánica, en función del tiempo de residencia, correspondientes a las experiencias 1 a 4. 61 - 67
- Gráficos 5-8 : Concentración de cobre en la fase acuosa, en función del tiempo de residencia, correspondientes a las experiencias 5 a 8. 69 - 75
- Gráficos 9-16 : Datos experimentales ajustados de acuerdo a la ecuación 33, correspondientes a las experiencias 1 a 8. 77 - 84

INTRODUCCION

Básicamente, el proceso de extracción de cobre, ilustrado en la figura 1, puede describirse de la siguiente forma:

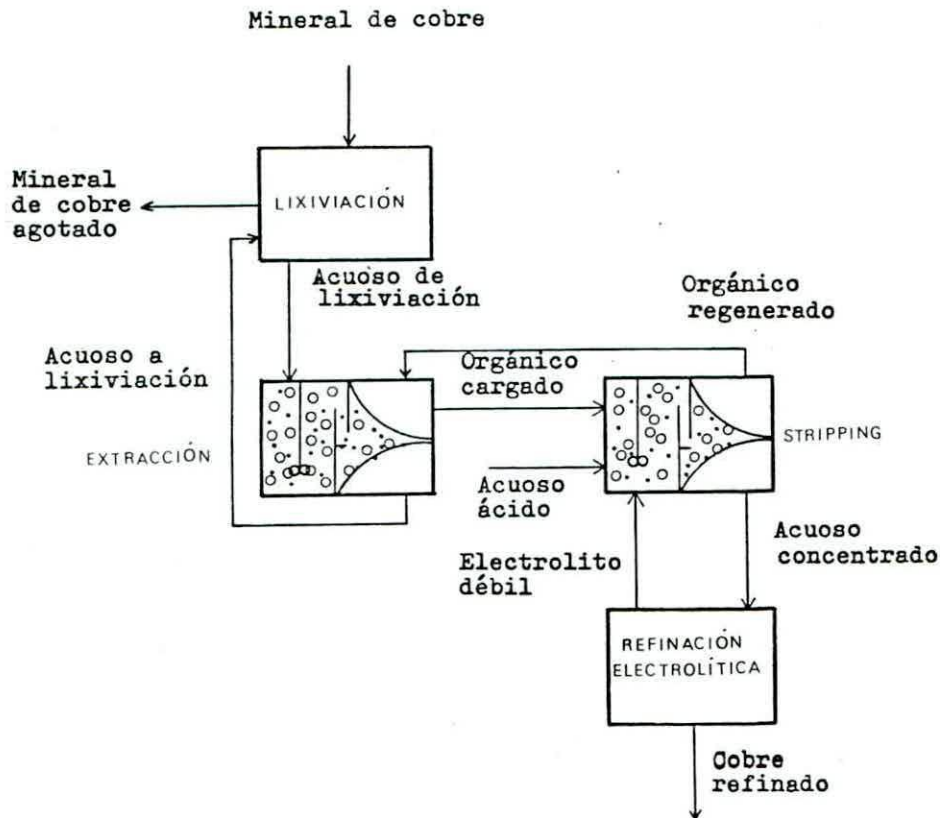


Figura 1 : Proceso de extracción de cobre

El cobre proveniente de lixiviación ingresa al proceso de extracción líquido-líquido en forma de una solución acuosa ácida de sulfato de cobre. Una vez producido el mezclamiento de la fase acuosa y el agente extractante, se permite la separación de los mismos, origi-

nándose dos corrientes: una fase acuosa descargada (refinado) y una orgánica (extracto) que continúa el proceso.

El refinado se recircula como solución lixivadora y el extracto ingresa a la etapa de stripping, en donde, mediante contacto con una solución acuosa fuertemente ácida, traspa el cobre y se regenera. Este líquido orgánico descargado se recircula hacia la etapa de extracción y la fase acuosa ingresa a la etapa de refinación electrolítica, donde se obtiene el producto final.

El presente trabajo se centra en la etapa de extracción del proceso global descrito anteriormente.

Durante esta etapa, debido al alto grado de agitación, se produce la dispersión de una fase en otra, correspondiente a un gran número de gotas de diferente tamaño. El cobre se extrae desde la fase acuosa a través de una reacción química interfacial, favoreciéndose la transferencia por la alta turbulencia y gran área interfacial producida.

Para el estudio de este fenómeno, el presente trabajo emplea la técnica denominada "gota simple". Esta consiste básicamente en el paso de una gota a través de una fase líquida estacionaria, lográndose así la extracción del componente de interés. Esta técnica permite trabajar a un área de contacto entre fases conocida y constante.

La idea fundamental de este trabajo es aportar con nuevos datos al proyecto que estudia los fenómenos básicos del proceso de extracción líquido-líquido de cobre II. Empleando la técnica de la gota simple, se determinan los coeficientes de transferencia de masa de

cobre entre una fase de sulfato de cobre y otra orgánica de agente extractante P-5100. Se analizan los efectos del diámetro de gota, tiempo de formación y de la inversión de fases (gota ascendente y descendente) sobre estos coeficientes.

CAPITULO I

ANTECEDENTES TEORICOS

1.1. Coefficientes de Transferencia de Masa

La extracción líquido-líquido involucra dos fases inmiscibles entre sí, a través de cuya interfase se realiza la transferencia del componente de interés.

La velocidad de transferencia de masa depende de tres factores: (1) el área interfacial o de contacto entre las fases; (2) los coeficientes de transferencia de masa, que son una medida de la velocidad de transporte del soluto a través de la interfase; y (3) la diferencia de concentración entre las fases, la cual es la fuerza impulsora.

Se ha propuesto un gran número de modelos para describir el proceso de extracción líquido-líquido (referencia 3). Entre ellos se encuentra el modelo denominado "Teoría de los dos films", el cual, por su simplicidad, se elige para deducir las relaciones básicas.

La teoría de los dos films, ilustrada en la figura 2a, consta de dos postulados básicos:

(1) La resistencia al transporte del soluto se localiza en dos películas adyacentes a la interfase, de líquidos X e Y, a través de las cuales se efectúa la transferencia de masa mediante difusión molecular.

(2) En la interfase las fases líquidas se encuentran en equilibrio.

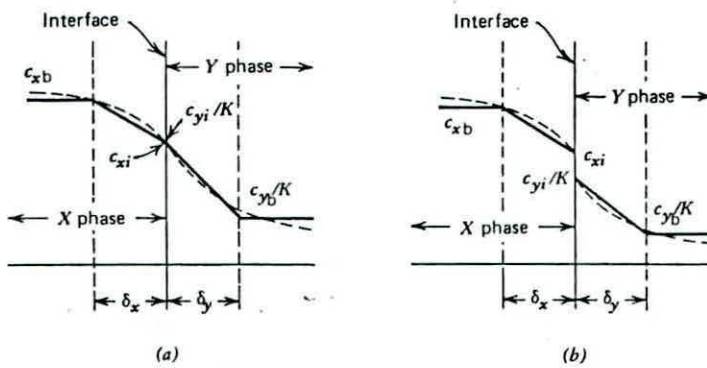


Figura 2 : Perfiles de concentración en la interfase.
 a) Con equilibrio en la interfase b) Con reacción química interfacial (Ref. 3)

La transferencia del soluto en la fase X se realiza desde el seno de la fase (a una concentración $c_{x,b,j}$) hacia la interfase (a una concentración $c_{x,i,j}$). La velocidad de transferencia de masa del componente j viene dada por la siguiente expresión:

$$N_{x,j} = k_{x,j} (c_{x,b,j} - c_{x,i,j}) \quad (1)$$

En la fase Y la transferencia de masa tiene lugar desde la interfase (a una concentración igual a $c_{y,i,j}/K$) hacia el seno de la fase (a una concentración $c_{y,b,j}/K$), siendo K el coeficiente de distribución supuesto constante. La expresión correspondiente a la velocidad de transferencia de masa es la siguiente:

$$N_{y,j} = k_{y,j} (c_{y,i,j} - c_{y,b,j}) \quad (2)$$

En donde:

- $N_{x,j}$, $N_{y,j}$: velocidad de transferencia de masa del componente j en las fases X e Y respectivamente, ($\text{mol}/\text{cm}^2 \text{ seg}$).
- $k_{x,j}$, $k_{y,j}$: coeficiente de transferencia de masa del componente j en las fases X e Y respectivamente, (cm/seg).
- $c_{x,i,j}$, $c_{y,i,j}$: concentración del componente j en la interfase, (mol/cm^3).
- $c_{x,b,j}$, $c_{y,b,j}$: concentración del componente j en el seno de las fases X e Y respectivamente, (mol/cm^3)

Los coeficientes de transferencia de masa referidos a composiciones de equilibrio, representan una medida de la resistencia que opone cada fase frente a la transferencia del componente de interés.

En la figura 3 se presenta una interpretación gráfica de los coeficientes de transferencia de masa.

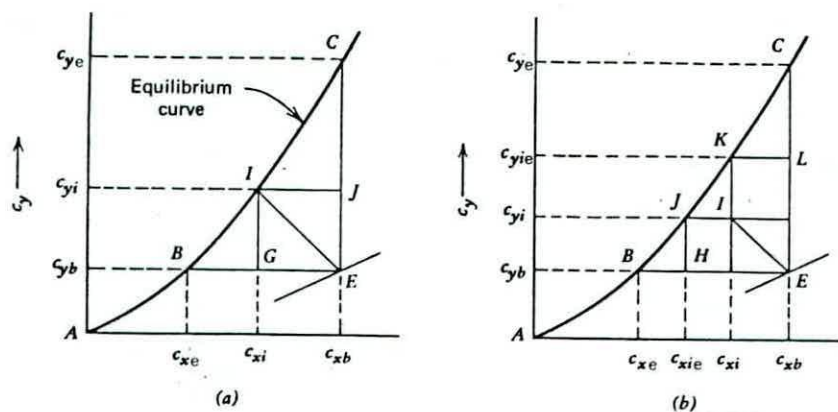


Figura 3 : Gradientes de concentración. a) Con equilibrio interfacial b) Con reacción química en la interfase. (Ref. 3)

La curva ABC representa el equilibrio entre las fases. El punto E corresponde a la coordenada de las concentraciones del seno de las fases ($c_{x,b,j}$, $c_{y,b,j}$). Como la velocidad de transferencia es igual en ambas fases, se tiene que:

$$\frac{k_{x,j}}{k_{y,j}} = \frac{c_{y,i,j} - c_{y,b,j}}{c_{x,i,j} - c_{x,b,j}} \quad (3)$$

La línea de pendiente $-k_{x,j} / k_{y,j}$

a través de E, intercepta la curva de equilibrio en el punto I de coordenadas $(c_{y,i,j}, c_{x,i,j})$. Las fuerzas impulsoras de ambas fases quedan representadas por los trazos \overline{IJ} e \overline{IG} .

Los coeficientes de transferencia de masa referidos a composiciones de equilibrio de interfase son poco utilizados, debido a que estas concentraciones son difíciles o imposibles de medir. Es por ello que se define coeficientes globales de transferencia de masa, $K_{x,j}$ y $K_{y,j}$, como sigue:

$$N_j = K_{x,j} (c_{x,b} - c_{x,e}) = K_{y,j} (c_{y,j} - c_{y,e})$$

(4)

En donde $c_{x,e}$ y $c_{y,e}$ son composiciones de equilibrio con $c_{x,b}$ y $c_{y,b}$ respectivamente, como se muestra en la figura 3a.

En base a relaciones geométricas se puede obtener las siguientes ecuaciones:

$$\frac{1}{K_{x,j}} = \frac{1}{k_{x,j}} + \frac{1}{m'_y k_y} \quad (5)$$

Lo que equivale a decir que la fuerza impulsora total \overline{EB} es la suma de los trazos \overline{IJ} y \overline{GB} .

Del mismo modo:

$$\frac{1}{K_{y,j}} = \frac{1}{k_{y,j}} + \frac{m'_{x,j}}{k_{x,j}} \quad (6)$$

En este caso la fuerza impulsora total \overline{EC} es igual a la suma de los trazos \overline{IG} y \overline{JC} .

m'_y y m'_x son las pendientes de las cuerdas \overline{IB} e \overline{IC} respectivamente de la figura 3a.

Cuando en el proceso de transferencia de masa interviene una reacción química, entonces el postulado dos de la teoría de los dos films ya no es cierta y una tercera resistencia se suma al proceso: la resistencia cinética.

Como se muestra en la figura 2b, los puntos $c_{x,y}$ y $c_{y,i} / k$ ya no son coincidentes. El punto I de la figura 3b muestra que las nuevas condiciones en la interfase no corresponden a las de equilibrio. La fuerza impulsora total queda representada por el trazo \overline{BE} , suma de los trazos \overline{KL} , \overline{JI} y \overline{BH} o por el trazo \overline{CE} , suma de \overline{CL} , \overline{KI} y \overline{JH} , que corresponden a las fases X, reacción química y la fase Y respectivamente.

Las ecuaciones 5 y 6 adquieren un tercer término, correspondiente a la resistencia cinética:

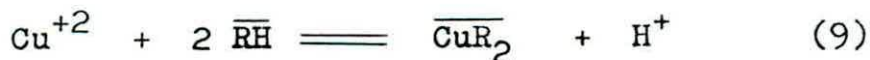
Para el componente j se tiene:*

$$\frac{1}{K_x} = \frac{1}{k_x} + \frac{1}{m'_y k_y} + \frac{1}{k_m^+} \left[\frac{c_{x,i} - c_{x,i,e}}{c_{x,i}^m - c_{x,i,e}^m} \right] \quad (7)$$

$$\frac{1}{K_y} = \frac{m'_x}{k_x} + \frac{1}{k_y} + \frac{1}{k_n^-} \left[\frac{c_{y,i,e} - c_{y,i}}{c_{y,i,e}^n - c_{y,i}^n} \right] \quad (8)$$

En donde k_m^+ y k_n^- son las constantes cinéticas hacia la derecha e izquierda respectivamente y m y n son los órdenes de reacción. m'_x y m'_y vienen dadas por las pendientes de las curvas CK y JB respectivamente.

En el proceso de extracción de cobre estudiado en este trabajo, la transferencia de masa es controlada tanto por la resistencia que opone el medio como por la reacción química que se produce en la interfase (Ref. 1) :



Los iones Cu^{+2} y H^+ se encuentran en la fase acuosa y el agente extractante RH y el complejo CuR_2 en fase orgánica.

(* Ver deducción de estas ecuaciones en referencia 3)

En el presente trabajo se determinan los coeficientes de transferencia de masa de cobre para los casos de gota ascendente y descendente, suponiendo ausencia total de reacción química; se considera así sólo un control difusional sobre la transferencia de masa. La importancia relativa de ambas resistencias sobre la transferencia de cobre es estudiada ampliamente en la referencia 1.

1.2. Coefficientes de Transferencia de Masa Empíricos

El autor de la referencia 1 hace una recopilación de ecuaciones empíricas y teóricas, extraídas de diversos trabajos y publicaciones, que permiten determinar coeficientes de transferencia de masa para el sistema en estudio. El autor concluye finalmente que las relaciones empíricas son las que ajustan en mayor grado al sistema y a las condiciones de trabajo empleadas. De acuerdo a esto, el presente trabajo compara los valores de coeficientes de transferencia de masa obtenidos experimentalmente con aquellos determinados a partir de estas ecuaciones.

Las correlaciones empíricas se obtienen a partir de datos experimentales ajustados estadísticamente. En este tipo de correlaciones, el coeficiente de transferencia de masa se expresa como un producto de números adimensionales que agrupan propiedades físicas y características geométricas e hidrodinámicas de las fases.

1.2.1. Coefficientes de Transferencia de Masa Empíricos para la Fase Dispersa

A continuación se presentan las cinco ecuaciones empíricas para la fase dispersa, con sus respectivas restricciones, recopiladas en la referencia 1.

- Para gotas no oscilantes y con circulación interna (ec. 52, ref. 1). Esta ecuación se obtiene con una desviación promedio de $\pm 34 \%$.

$$\frac{k_d d_g}{D_d} = 31,4 \left(\frac{4 D_d t}{d_g^2} \right)^{-0,34} \left(\frac{u_d}{\rho_d D_d} \right)^{-0,125} \left(\frac{d_g v^2 \rho_c}{\sigma} \right)^{0,371} \quad (10)$$

En forma equivalente :

$$N_{Sh} = 31,4 N_{Tm}^{-0,34} N_{Sc}^{-0,125} N_{We}^{0,371} \quad (11)$$

Donde :

$$10^1 < N_{Sh} < 10^3$$

$$3 \cdot 10^{-5} < N_{Tm} < 3 \cdot 10^{-2}$$

$$10^3 < N_{Sc} < 10^5$$

$$10^{-1} < N_{We} < 10^1$$

- Para gotas oscilantes se presentan dos ecuaciones (ecs. 64 y 66, ref. 1) :

$$\frac{k_d d_g}{D_d} = 0,32 \left(\frac{4 D_d t}{d_g^2} \right)^{0,141} \left(\frac{d_g v \rho_c}{u_c} \right)^{0,685} \left(\frac{\sqrt[3]{\rho_c^2}}{g u_c^4 \Delta P} \right)^{0,1} \quad (12)$$

En forma equivalente :

$$N_{Sh} = 0,32 N_{Tm}^{-0,141} N_{Re}^{0,683} N_P^{0,1} \quad (13)$$

$$\frac{k_d d_g}{D_d} = 0,142 \left(\frac{4 D_d t}{d_g^2} \right)^{-0,141} \left(\frac{d_g v^2 \rho_c}{\sqrt{\quad}} \right)^{0,769} \left(\frac{\sqrt[3]{\rho_c^2}}{g u_c^4 \Delta P} \right)^{0,285} \quad (14)$$

En forma equivalente :

$$N_{Sh} = 0,142 N_{Tm}^{-0,141} N_{We}^{0,769} N_P^{0,285} \quad (15)$$

$$5 < N_{We} < 10$$

$$2 \cdot 10^8 < N_P < 4 \cdot 10^9$$

$$3 \cdot 10^2 < N_{Sh} < 4 \cdot 10^3$$

$$1 \cdot 10^{-5} < N_{Tm} < 2 \cdot 10^{-3}$$

$$4 \cdot 10^2 < N_{Re} < 3 \cdot 10^3$$

- Para gotas esféricas (ec. 68, ref. 1) :

$$\frac{k_d d_g}{D_d} = 0,32 \left(\frac{d_g v \rho_d}{u_d} \right)^{0,63} \left(\frac{u_d}{\rho_d D_d} \right)^{0,50} \left(1 + \frac{u_d}{u_c} \right)^{-0,50} \quad (16)$$

En forma equivalente :

$$N_{Sh} = 0,32 N_{Re}^{0,63} N_{Sc}^{0,50} \left(1 + \frac{u_d}{u_c} \right)^{-0,50} \quad (17)$$

Donde :

$$10 < N_{Re} < 1 \cdot 10^3$$

- Para gota en forma esferoidal, achatada en los polos (ec. 70, ref. 1) :

$$\frac{k_d d_g}{D_d} = 7,5 \cdot 10^{-5} \left(\frac{d_g v \rho_d}{u_d} \right)^2 \left(\frac{u_d}{\rho_d D_d} \right)^{0,56} \left(1 + \frac{u_d}{u_c} \right)^{-0,50} \quad (18)$$

Donde :

$$1 \cdot 10^2 < N_{Re} < 2 \cdot 10^3$$

1.2.2. Coefficientes de Transferencia de Masa Empíricas para la Fase Continua

Para este caso el autor de la referencia 1 recopila siete ecuaciones presentadas a continuación :

- Para gotas esféricas rígidas (ec. 71, ref.1):

$$\frac{k_c d_g}{D_c} = A + B \left(\frac{d_g v \rho_c}{u_c} \right)^{0,5} \left(\frac{u_c}{\rho_c D_c} \right)^{0,73} \quad (19)$$

Se sugiere un valor igual a 2 para la constante A y 0,79 para la constante B, los que permiten representar adecuadamente un gran número de sistemas.

- Para gotas reales (ec. 72, ref. 1) :

$$\frac{k_c d_g}{D_c} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \left(1 - \left(\frac{d_g v \rho_c}{u_c} \right)^{-\frac{1}{2}} \left(2,89 + 2,15 \left(\frac{u_d}{u_c} \right)^{0,64} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{v d_g}{D_c} \right)^{\frac{1}{2}} \right) \quad (20)$$

En forma equivalente :

$$N_{Sh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \left(1 - N_{Re}^{-\frac{1}{2}} \left(2,89 + 2,15 \left(\frac{u_d}{u_c} \right)^{0,64} \right)^{\frac{1}{2}} \left(N_{Pe} \right)^{\frac{1}{2}} \right) \quad (21)$$

Donde: $N_{Re} < 2 \cdot 10^2$

$$\frac{u_d}{u_c} < 2,0$$

$$\frac{\rho_d}{\rho_c} < 4,0$$

- Para sistemas binarios (ec. 74, ref. 1) :

$$\frac{k_c d_g}{D_c} = -126 + 1,8 \left(\frac{d_g v \rho_c}{u_c} \right)^{0,50} \left(\frac{u_c}{\rho_c D_c} \right)^{0,42} \quad (22)$$

En forma equivalente:

$$N_{Sh} = -126 + 1,8 N_{Re}^{0,50} N_{Sc}^{0,42} \quad (23)$$

Donde :

$$10 < N_{Re} < 8 \cdot 10^2$$

- Considerando la resistencia dentro de la gota despreciable (ec. 76, ref.1) :

$$\frac{k_c d_g}{D_c} = -178 + 3,62 \left(\frac{d_g v \rho_c}{u_c} \right)^{0,30} \left(\frac{u_c}{\rho_c D_c} \right)^{0,33} \quad (24)$$

- Para gota estancada, de forma esferoidal y achatada en los polos (ec. 77, ref.1) :

$$\frac{k_c d_g}{D_c} = 0,74 \left(\frac{d_g v \rho_c}{u_c} \right)^{0,5} \left(\frac{u_c}{\rho_c D_c} \right)^{0,5} \quad (25)$$

En forma equivalente :

$$N_{Sh} = 0,74 N_{Re}^{0,5} N_{Sc}^{0,5} \quad (26)$$

Donde :

$$10^2 < N_{Re} < 6 \cdot 10^3$$

$$6 \cdot 10^{-3} < \frac{N_{Sh}}{N_{Re} N_{Sc}^{\frac{1}{3}}} < 10^{-1}$$

- Para gota esférica, con circulación interna y en el caso especial de una sucesión de gotas en fila (ec 79, ref. 1) :

$$\frac{k_c d_g}{D_c} = 0,60 \left(\frac{d_g v \rho_c}{u_c} \right)^{0,5} \left(\frac{u_c}{\rho_c D_c} \right)^{0,5} \quad (27)$$

En forma equivalente :

$$N_{Sh} = 0,60 N_{Re}^{0,5} N_{Sc}^{0,5} \quad (28)$$

Donde : $N_{Re} < 2 \cdot 10^2$

- Para gotas oscilantes que se desplazan en fila (ec. 81, ref. 1) :

$$\frac{k_c d_g}{D_c} = 50 + 0,0085 \left(\frac{d_g v \rho_c}{u_c} \right)^{0,7} \quad (29)$$

Donde :

$$1 \cdot 10^2 < N_{Sh} < 7 \cdot 10^2$$

$$1 \cdot 10^2 < N_{Re} N_{Sc} < 7 \cdot 10^2$$

1.3. Coefficientes de Transferencia de Masa Experimentales

El coeficiente de transferencia de masa experimental se obtiene a partir de las relaciones de velocidad de transferencia de masa presentadas en la sección 1.1. Realizando un balance global entre el seno de la fase continua y el interior de la gota se tiene :

$$N = \frac{d Cu}{d t} V = K A ([Cu]_b - [Cu]_g) \quad (30)$$

$$\frac{d Cu}{([Cu]_b - [Cu]_g)} = K \frac{A}{V} d t \quad (31)$$

$$\int_{[Cu]_1}^{[Cu]_2} \frac{d Cu}{[Cu]_b - [Cu]_g} = K \frac{A}{V} \int_{t=0}^{t=t_r} d t \quad (32)$$

Integrando se obtiene :

$$\ln \left\{ \frac{[Cu]_b - [Cu]_1}{[Cu]_b - [Cu]_2} \right\} = K \frac{A}{V} t_r \quad (33)$$

En donde :

- $[Cu]_1$: concentración de cobre en la gota en el momento en que la gota se desprende de la aguja, (g/l)
- $[Cu]_2$: concentración de cobre que alcanza la gota en un tiempo t_r , (g/l)
- A : área de la gota, (cm²)
- V : volumen de la gota, (cm³)
- K : coeficiente global de transferencia de masa para cobre, (cm/seg)
- t_r : tiempo de residencia de la gota, (seg)

Al correlacionar los datos por cuadrados mínimos, el coeficiente de transferencia de masa para cada condición experimental viene dado por la pendiente de la recta:

$$\frac{V}{A} \ln \left(\frac{[Cu]_b - [Cu]_1}{[Cu]_b - [Cu]_2} \right) \text{ en función del tiempo de residencia.}$$

CAPITULO II

TRABAJO EXPERIMENTAL

En el presente capítulo se realiza una descripción del equipo utilizado y de su forma de operarlo. Se describe además, la técnica empleada en la obtención de puntos y en la medición y control de las variables. Finalmente se detalla el trabajo experimental realizado.

2.1. Descripción del Equipo

Para los ensayos se utilizan dos columnas de vidrio, de 1 y 2 (m) de longitud y 3,5 (cm) de diámetro. Cada columna consta de dos tubos concéntricos, por cuyo ánulo fluye agua a la temperatura de trabajo, permitiendo mantener el sistema termostatzado.

2.1.1. Disposición del Equipo para Medición de Gota Ascendente

La disposición del equipo para mediciones de gota ascendente se muestra en la figura 4.

El sistema de alimentación consta de un embudo de decantación, tres válvulas y un formador de gotas, conectados en el mismo orden a través de mangueras plásticas. El embudo de decantación, de 500 (cm³) de capacidad, suministra el líquido orgánico al sistema; se ubi-

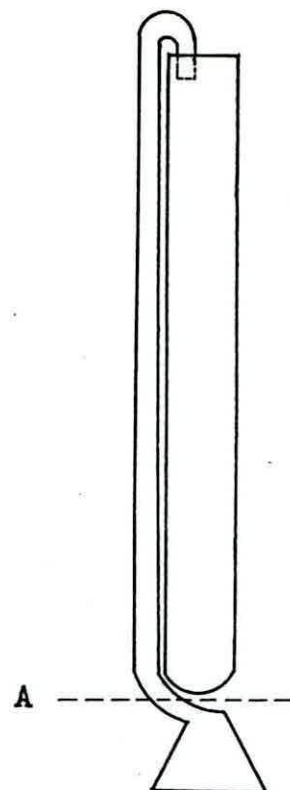
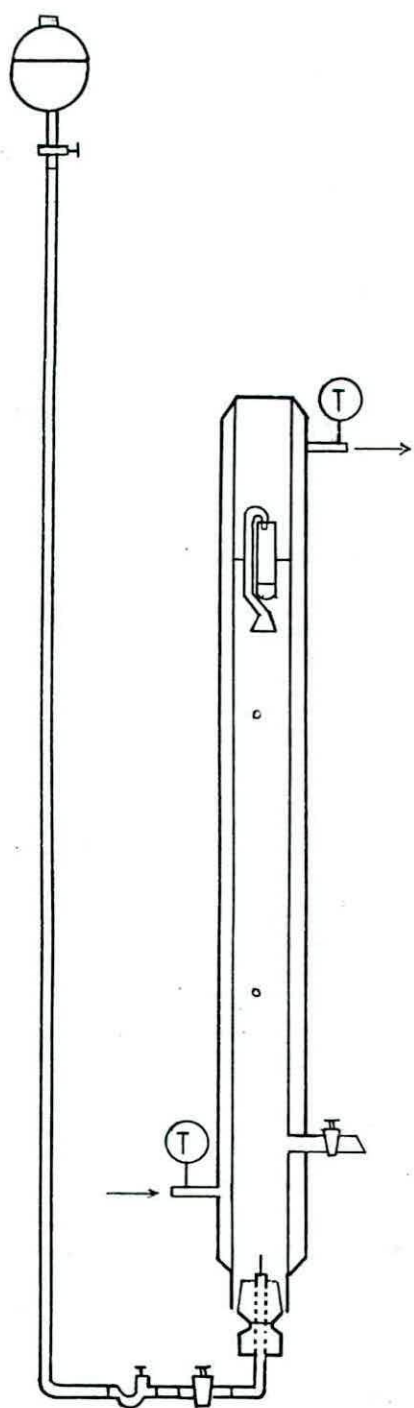


Fig. 4a : Captador de gotas

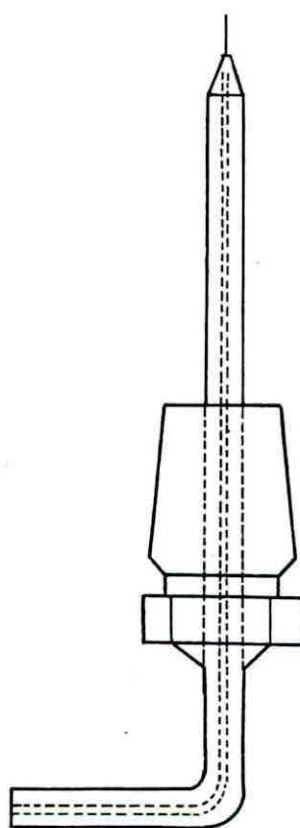


Fig. 4b : Formador de gotas

Figura 4 : Disposición del equipo para medición de gota ascendente.

ca a aproximadamente 50 (cm) sobre la columna. El sistema de válvulas, descrito en la sección 2.1.4, permite regular el flujo de gotas de orgánico que ascenderán a través de la columna. El formador de gotas es esencialmente un capilar de vidrio, en cuyo extremo es posible adaptar las agujas; su forma permite conectarlo herméticamente al fondo de la columna.

El sistema captador de gotas (figura 4a) está formado por un embudo invertido conectado a un tubo de ensayo; permite recolectar y almacenar las gotas cargadas en la extracción para muestreo. Se sumerge en la fase acuosa, a la altura requerida, dependiendo del tiempo de contacto.

2.1.2. Disposición del Equipo para Medición de Gota descendente

Para mediciones de gota descendente se dispone el equipo según la figura 5.

El sistema de alimentación es similar al descrito en el punto 2.1.1. Consta de un embudo de decantación, el cual suministra el líquido acuoso al sistema; un sistema de tres válvulas, descrito en la sección 2.1.4; y un formador de gotas, que corresponde a un capilar de vidrio de 20 (cm) de longitud, en cuyo extremo es posible adaptar las agujas.

El recolector de gotas se muestra en la figura 5b. Su función es captar las gotas descendentes y evacuarlas, a través de la válvula, hacia el frasco de muestreo. Su forma permite adaptarlo herméticamente al fondo de la columna.

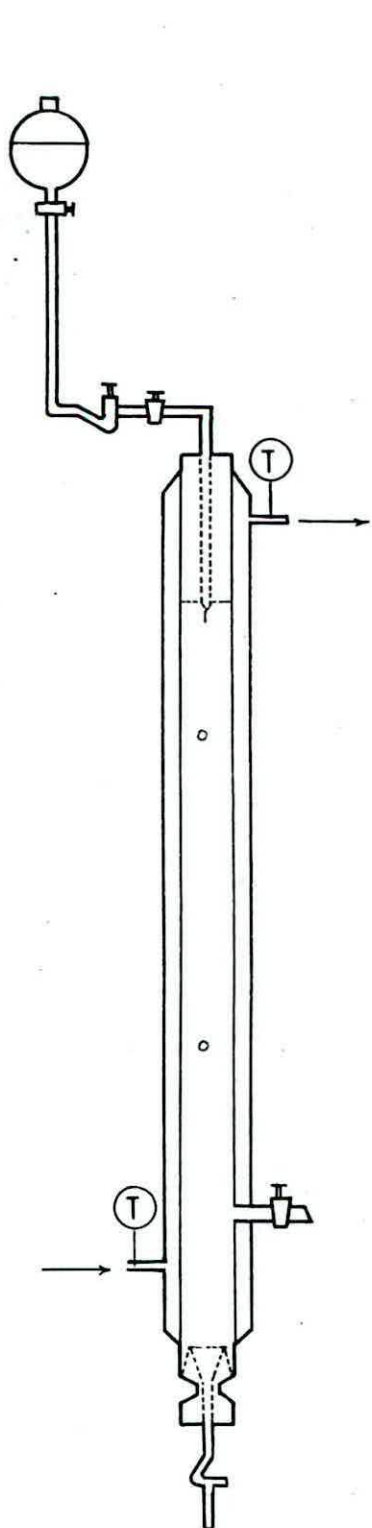


Fig. 5a : Capilar formador de gotas

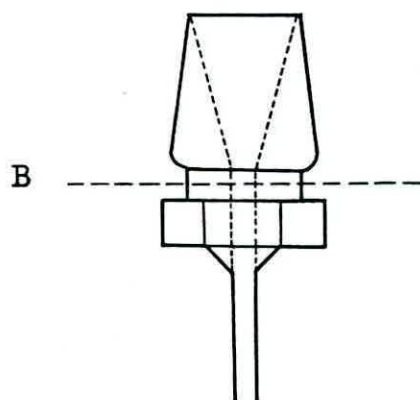


Fig. 5b : Captador de gotas

Figura 5 : Disposición del equipo para medición de gota descendente.

2.1.3. Disposición del Equipo para Medición del Diámetro de Gota

Para la medición del diámetro de gota, en ambos casos - gota ascendente y descendente - se cambia el embudo de decantación por una probeta de 25(cm³) de capacidad.

2.1.4. Accesorios

2.1.4.1. Sistema de Válvulas

El paso del líquido contenido en el embudo de decantación hacia los conductos se realiza a través de una válvula de vidrio de una vía.

Para la regulación gruesa del tiempo de formación se utiliza una válvula de aguja graduada, fabricada de vidrio y teflón, marca Fischer and Porter Co.

En la regulación fina del tiempo de formación se emplea una válvula de aguja, de acero inoxidable, marca Hoke modelo 133564Y, la cual, después de varios intentos, fue la única capaz de mantener constante el tiempo de formación en un período de tiempo aceptable ($\pm 0,2$ (seg) en una hora de medición).

2.1.4.2. Agujas

Se emplea agujas hipodérmicas de tama-

ño comercial 19G1/2 y 26G1/2 . La punta es cortada horizontalmente y luego limada.

2.1.4.3. Termómetros

Se utilizan dos termómetros (rango 0-100 (°C)), los cuales se ubican a la entrada y salida de la camisa de agua, de modo de controlar la temperatura en la columna.

2.2. Procedimiento Experimental

2.2.1. Medición con gota ascendente

Este procedimiento se lleva a cabo de la siguiente forma:

- Se carga el embudo de decantación con solución orgánica;
- se ambientan las mangueras y se eliminan las burbujas de aire;
- se conecta el sistema de alimentación de orgánico a la columna;
- se llena la columna con líquido acuoso hasta aproximadamente 10 (cm) sobre el nivel deseado, manteniendo siempre una gota de orgánico retenida en la aguja para evitar así que el acuoso penetre a los conductos.
- se hace fluir el agua por la camisa exterior. El sistema se ambienta a la temperatura de trabajo en aproximadamente 20 (min). La temperatura debe variar a lo más en $\pm 0,2$ (°C), de tal forma que el tiempo de formación no fluctúe.

- se elimina cualquier residuo de orgánico presente en la superficie del acuoso;
- se sumerge el captagotas en el acuoso hasta la marca A de la figura 4a.
- se permite la salida de las gotas de orgánico regulando el tiempo de formación;
- el captagotas se va sumergiendo a medida que las gotas van llegando, de modo de mantener la interfase siempre en la marca A de la figura 4a. Esta operación se efectúa hasta que el tubo de ensayo que acompaña al captador comienza a llenarse;
- la medición finaliza cuando se ha obtenido suficiente orgánico para muestreo en el captagotas;
- finalmente se agita el acuoso y se toma muestra.

2.2.2. Medición con gota descendente

Este procedimiento se lleva a cabo de la siguiente forma:

- Se carga el embudo de decantación con solución de sulfato de cobre;
- se ambientan las mangueras y se eliminan las burbujas de aire;
- se llena el colector de gotas con agua destilada hasta la marca B de la figura 5b y se instala en el fondo de la columna;
- se llena la columna con líquido orgánico hasta el nivel deseado;
- se ambienta la columna a la temperatura de trabajo;

- se sumerge la aguja sostenida por el capilar levemente en el líquido orgánico;
- se permite la salida de las gotas regulando el tiempo de formación;
- se mantiene el nivel de la interfase en la marca B de la figura 5b manipulando la válvula del recolector de gotas;
- antes de tomar muestra se elimina un volumen determinado de líquido acuoso (aproximadamente 30 (ml)), de modo de retirar totalmente el agua destilada presente inicialmente en el recolector;
- finalmente se agita el orgánico y se toma muestra.

2.2.3. Medición del Diámetro de gota

La medición del diámetro de gota se realiza para las condiciones de trabajo imperantes: temperatura, concentración del líquido acuoso y el tipo de medición : gota ascendente o descendente.

El procedimiento a seguir se detalla a continuación :

- Se llena la bureta con el líquido correspondiente;
- se ambientan las mangueras y se eliminan las burbujas de de aire;
- se lee los niveles inicial y final del líquido en la bureta, una vez que se ha permitido la salida de un número conocido de gotas (aproximadamente 300 gotas).

2.3. Medición y Control de las Variables

En cada punto es necesario medir y controlar las siguientes variables:

2.3.1. Tiempo de Formación (t_f)

Es el tiempo que transcurre entre gota y gota. En otras palabras, es el tiempo que va desde que la gota aparece en la boquilla de la aguja hasta que se desprende de ella.

Se determina midiendo el tiempo que demora en salir un número conocido de gotas:

$$t_f = t_T / N$$

La desviación estándar de los valores medidos durante cada ensayo es de $\pm 0,1$ (seg).

2.3.2. Tiempo de residencia (t_r)

Es el tiempo que la gota demora en recorrer la distancia que va desde la boquilla de la aguja hasta la interfase, donde coalesce. Los diferentes tiempos de residencia se logran midiendo a diferentes alturas respecto a la interfase.

La desviación estándar máxima de los valores medidos se obtiene para las distancias extremas: $\pm 0,2$ (seg). Cuando la distancia es grande, la gota tiende a recorrer un camino zigzagueante que hace fluctuar el

tiempo de residencia para mediciones sucesivas; cuando la distancia recorrida es pequeña, el error en la medición es mayor, debido a que los tiempos medidos son pequeños.

2.3.3. Control de la Temperatura

La temperatura se mantiene en 25 ($^{\circ}\text{C}$), aceptando variaciones sólo de hasta $\pm 0,2$ ($^{\circ}\text{C}$), de modo de evitar fluctuaciones en los tiempos de formación.

2.3.4. Medición del Diámetro de gota

Se considera para esta medición que las gotas son esféricas. Se obtiene leyendo el volumen de líquido que se desplaza en una bureta graduada al permitir la salida de un número conocido de gotas. Luego,

$$d_g = \sqrt[3]{\frac{V_d \cdot 3}{\pi \cdot 4 \cdot N}} \cdot 2 \quad (34)$$

Al realizar tres mediciones el valor de la desviación estándar corresponde a $\pm 0,01$ (cm)

2.3.5. Control del Nivel y Tamaño de la Interfase

La interfase se mantiene en un mismo nivel respecto a la boquilla de la aguja, de modo de evitar variaciones en el tiempo de residencia durante el ensayo. A la vez, el área de la interfase se mantiene lo más

pequeña y constante posible, de tal forma de minimizar y homogenizar los efectos debido a coalescencia para todos los ensayos.

La ubicación ideal para la interfase se muestra en los puntos A y B de las figuras 4a y 5b respectivamente, en donde el área seccional es mínima y constante y el nivel respecto a la boquilla de la aguja es cómodo de controlar.

2.4. Descripción del Trabajo Experimental

La finalidad del trabajo experimental es obtener gráficos de concentración de cobre en la fase dispersa versus tiempo de residencia. Para ello se toman ocho corridas de puntos: cuatro de gota ascendente y el resto de gota descendente. Cada corrida de puntos consta de mediciones realizadas a diferentes distancias respecto a la interfase, que varían entre 5 y 180 (cm). Se logra así, tiempos de residencia entre 0,5 y 19 (seg).

Se trabaja con una solución acuosa de sulfato de cobre de 12 (g/l) y con una concentración de ácido sulfúrico de 1,4 (g/l). La solución orgánica se prepara excenta de cobre, diluyendo Acorga P-5100 en Escaid 100 hasta alcanzar una concentración del 26% en peso.

La temperatura de trabajo se mantiene en 25 (°C) para todas las mediciones.

Los diámetros de gota utilizados son de 3,80 y 2,80 (mm).

Se trabaja con tiempos de formación de gota de 1,5 y 4,0 (seg).

Un resumen de las experiencias realizadas se presenta en la tabla 1.

Tabla 1

Resumen de experiencias

$[\overline{\text{Cu}}]$ (g/l)	[Cu] (g/l)	t_f (seg)	d_g (cm)	Fase dispersa	Fase continua
0	12,0	1,5	0,38	orgánica	acuosa
			0,28	orgánica	acuosa
		4,0	0,38	orgánica	acuosa
			0,28	orgánica	acuosa
		1,5	0,38	acuosa	orgánica
			0,28	acuosa	orgánica
		4,0	0,38	acuosa	orgánica
			0,28	acuosa	orgánica

CAPITULO III

RESULTADOS3.1. Resultados Experimentales

Los datos experimentales se entregan en el Apéndice A . Para su mejor visualización e interpretación, se ordenan en tablas acompañadas de los correspondientes gráficos de concentración de cobre en función del tiempo de residencia.

3.1.1. Correlación de los Datos Experimentales

Para su posterior utilización en la obtención de resultados, cada set de puntos correspondientes a un mismo conjunto de condiciones experimentales, se correlaciona mediante cuadrados mínimos obteniéndose rectas del tipo :

$$[\text{Cu}] = a + b \cdot t_r \quad (35)$$

En donde,

[Cu] : concentración de cobre alcanzada por la gota durante el tiempo de residencia en la columna, en (g/l).

t_r : tiempo de residencia de la gota (seg).

a : concentración de la gota en el momento en que ésta se desprende de la aguja (para $t_r = 0$), en (g/l)

b : pendiente de las rectas concentración de cobre en función del tiempo de residencia, en (g/l seg)

Un resumen de las constantes a y b se entrega en la tabla 2.

Tabla 2

Constantes a y b correspondientes
a las rectas [Cu] versus tiempo de residencia

a) Gota ascendente

t_f (seg)	d_g (cm)	a	b
1,5	0,38	0,2102	0,1014
	0,28	0,3931	0,1082
4,0	0,38	0,3014	0,0951
	0,28	0,4145	0,1205

b) Gota descendente

t_f (seg)	d_g (cm)	a	b
1,5	0,38	11,661	-0,1056
	0,28	11,200	-7,966 10^{-2}
4,0	0,38	11,310	-7,851 10^{-2}
	0,28	10,655	-4,986 10^{-2}

3.1.2. Velocidad de Extracción de Cobre

De acuerdo a la referencia 1, la velocidad de extracción de cobre desde la fase acuosa se determina en base a la pendiente de los gráficos concentración de cobre versus tiempo de residencia, obtenida en la sección 3.1.1. Se expresa por unidad de área de interfase según la ecuación 117 de la referencia citada.

$$R_i = b \frac{V}{A} \frac{1}{1000} \frac{1}{63,546} \quad (36)$$

En donde,

- R_i : velocidad de extracción de cobre, en (mol/cm² seg)
 b : pendiente de los gráficos concentración de cobre en la fase dispersa en función del tiempo de residencia, en (g de cobre/ seg l)
 V : volumen de la gota, en (cm³)
 A : área de la gota, en (cm²)
 63,546 : peso atómico del cobre, en (g/átomo g)
 1000 : factor de conversión entre (l) y (cm³)

Al reemplazar los valores de A y V en función del diámetro de gota, la ecuación anterior se reduce a :

$$R_i = 2,6228 \cdot 10^{-6} \cdot b \cdot d_g \quad (37)$$

Se evalúa esta ecuación para cada condición experimental obteniéndose los resultados presentados en la tabla 3 .

Tabla 3Velocidad de Extraccióna) Gota Ascendente

t_f (seg)	d_g (cm)	b	R_i (mol/ cm ² seg)
1,5	0,38	0,1014	$1,011 \cdot 10^{-7}$
	0,28	0,1082	$7,946 \cdot 10^{-8}$
4,0	0,38	0,0951	$9,478 \cdot 10^{-8}$
	0,28	0,1205	$8,849 \cdot 10^{-8}$

b) Gota Descendente

t_f (seg)	d_g (cm)	b	R_i (mol/ cm ² seg)
1,5	0,38	-0,1056	$1,052 \cdot 10^{-7}$
	0,28	-0,0797	$5,850 \cdot 10^{-8}$
4,0	0,38	-0,0785	$7,825 \cdot 10^{-8}$
	0,28	-0,0499	$3,662 \cdot 10^{-8}$

3.1.3. Cálculo de los Coeficientes de Transferencia de Masa Experimentales

En base a la ecuación 33 presentada en la sección 1.3. se correlacionan los datos por cuadrados mínimos, obteniéndose para cada condición experimental los resultados entregados en la tabla 4. Las rectas ajustadas son forzadas a pasar por cero, de acuerdo a métodos matemáticos.

Un ejemplo de cálculo se presenta en el apéndice E. Los gráficos correspondientes a estos ajustes se presentan en el apéndice B.

Tabla 4

Coeficientes de Transferencia de Masa Experimentales

a) Gota Ascendente

t_f (seg)	d_g (cm)	$K_{Exp} \cdot 10^4$ (cm/seg)
1,5	0,38	$5,58 \pm 0,48$
	0,28	$4,59 \pm 0,16$
4,0	0,38	$4,99 \pm 0,91$
	0,28	$5,19 \pm 0,38$

b) Gota Descendente

t_f (seg)	d_g (cm)	$K_{Exp} 10^4$ (cm/seg)
1,5	0,38	$6,03 \pm 0,81$
	0,28	$3,53 \pm 0,20$
4,0	0,38	$4,57 \pm 0,40$
	0,28	$2,27 \pm 0,31$

3.2. Resultados Empíricos

En esta sección se calcula los coeficientes de transferencia de masa correspondientes al ión cúprico y al complejo de cobre utilizando las ecuaciones presentadas en la sección 1.2.

Debido a incertezas en el valor de la difusividad del complejo de cobre, ésta se varía en el rango conocido de órdenes de magnitud $1 \cdot 10^{-7}$ a $1 \cdot 10^{-5}$ (cm^2/seg).

Las propiedades físicas correspondientes a ambas fases se extraen de la referencia 1 y se presentan en el apéndice D de este trabajo.

El ejemplo de cálculo para esta sección se entrega en el apéndice F.

3.2.1. Cálculo de los Coeficientes de Transferencia de Masa para Fase Dispersa

De modo de obtener una mayor información, se evalúa cada una de las ecuaciones presentadas en la sección 1.2.1., aún cuando las restricciones no se cumplan.

Los valores de coeficientes de transferencia de masa obtenidos de cada una de estas correlaciones se presenta en la tabla 5.

3.2.2. Cálculo de los Coeficientes de Transferencia de Masa para Fase Continua

Al igual que en la sección anterior, se calcula los coeficientes de transferencia de masa para fase continua a partir de cada una de las correlaciones presentadas en la sección 1.2.2. Estos valores se presentan en la tabla 6.

3.2.3. Cálculo de los Coeficientes de Transferencia de Masa Globales Empíricos

Para el cálculo de los coeficientes de transferencia de masa globales se emplea la ecuación 6 presentada en la sección 1.1.

$$\frac{1}{K_y} = \frac{1}{k_y} + \frac{m'_x}{k_x}$$

En donde el subíndice "y" representa a la fase orgánica y el subíndice "x" a la fase acuosa.

Como estimación, la pendiente m'_x se evalúa de la figura 6 (apéndice C). Este cálculo se detalla en el punto 4 del apéndice F. Los valores obtenidos para esta pendiente son los siguientes:

Gota ascendente	:	$m'_x = 0,6$
Gota descendente	:	$m'_x = 0,5$

En las tablas 5 y 6 se presentan los coeficientes de transferencia de masa para cada fase, calculados a partir de las diferentes ecuaciones empíricas presentadas en la sección 1.2. Ambas tablas muestran que todas las ecuaciones que cumplen con las restricciones experimentales, entregan coeficientes de transferencia de masa del mismo orden de magnitud. Los valores obtenidos de las ecuaciones 10 y 27, para gotas en fila y con circulación interna, se encuentran en el rango de valores calculados. Por esta razón y, de acuerdo a las evidencias experimentales, se emplean estas últimas ecuaciones para el cálculo de los coeficientes globales empíricos.

Los valores de coeficientes globales de transferencia de masa empíricos se entregan en la tabla 7.

Tabla 5 : Coeficientes de Transferencia de Masa Empíricos para Fase Dispersa

a) Para Gota Ascendente :

d_g (cm)	D_d (cm ² /seg)	Ecuación 10 (C) (cm/seg)	Ecuación 12 (NC) (cm/seg)	Ecuación 14 (NC) (cm/seg)	Ecuación 16 (C) (cm/seg)	Ecuación 18 (C) (cm/seg)
0,38	1 10 ⁻⁵	5,96 10 ⁻³	1,96 10 ⁻³	1,82 10 ⁻²	7,08 10 ⁻³	2,25 10 ⁻³
	1 10 ⁻⁶	9,78 10 ⁻⁴	1,42 10 ⁻⁴	2,51 10 ⁻³	2,24 10 ⁻³	8,18 10 ⁻⁴
	1 10 ⁻⁷	1,60 10 ⁻⁴	1,03 10 ⁻⁵	3,48 10 ⁻⁴	7,08 10 ⁻⁴	2,97 10 ⁻⁴
0,28	1 10 ⁻⁵	4,39 10 ⁻³	2,32 10 ⁻³	1,41 10 ⁻²	7,45 10 ⁻³	1,37 10 ⁻³
	1 10 ⁻⁶	7,20 10 ⁻⁴	1,68 10 ⁻⁴	1,94 10 ⁻³	2,36 10 ⁻³	4,96 10 ⁻⁴
	1 10 ⁻⁷	1,18 10 ⁻⁴	1,21 10 ⁻⁵	2,69 10 ⁻⁴	7,45 10 ⁻⁴	1,80 10 ⁻⁴

Ecuación 10 : gotas en fila con circulación interna

Ecuación 12 : gotas oscilantes

Ecuación 14 : gotas oscilantes

Ecuación 16 : gotas esféricas

Ecuación 18 : gotas esféricas achatadas en los polos

(C) Cumple condiciones

(NC) no cumple condiciones de las correlaciones
(fuera del rango de validez)

Tabla 5 (continuación)

b) Para Gota Descendente

d_g (cm)	D_a (cm ² /seg)	Ecuación 10 (C) (cm/seg)	Ecuación 12 (NC) (cm/seg)	Ecuación 14 (NC) (cm/seg)	Ecuación 16 (C) (cm/seg)	Ecuación 18 (C) (cm/seg)
0,38	$8 \cdot 10^{-6}$	$4,67 \cdot 10^{-3}$	$1,86 \cdot 10^{-3}$	$1,48 \cdot 10^{-2}$	$1,41 \cdot 10^{-2}$	$2,13 \cdot 10^{-3}$
0,28	$8 \cdot 10^{-6}$	$2,95 \cdot 10^{-3}$	$2,22 \cdot 10^{-3}$	$1,13 \cdot 10^{-2}$	$1,34 \cdot 10^{-2}$	$1,29 \cdot 10^{-3}$

Ecuación 10 : gotas en fila con circulación interna

Ecuación 12 : gotas oscilantes

Ecuación 14 : gotas oscilantes

Ecuación 16 : gotas esféricas

Ecuación 18 : gotas esféricas achatadas en los polos

(C) cumple condiciones (NC) no cumple condiciones de las correlaciones
(fuera del rango de validez)

Tabla 6 : Coeficientes de Transferencia de Masa Empíricos para Fase Continua

a) Para Gota Ascendente

d_g (cm)	D_c (cm ² /seg)	Ec. 19 (SC) (cm/seg)	Ec. 20 (NC) (cm/seg)	Ec. 22 (C) (cm/seg)	Ec. 24 (SC) (cm/seg)	Ec. 25 (C) (cm/seg)	Ec. 27 (C) (cm/seg)	Ec. 29 (NC) (cm/seg)
0,38	$8 \cdot 10^{-6}$	$7,38 \cdot 10^{-2}$	$1,80 \cdot 10^{-2}$	$1,63 \cdot 10^{-2}$	$1,62 \cdot 10^{-3}$	$1,38 \cdot 10^{-2}$	$1,12 \cdot 10^{-2}$	$1,69 \cdot 10^{-2}$
0,28	$8 \cdot 10^{-6}$	$8,19 \cdot 10^{-2}$	$1,86 \cdot 10^{-2}$	$1,74 \cdot 10^{-2}$	$1,31 \cdot 10^{-3}$	$1,54 \cdot 10^{-2}$	$1,25 \cdot 10^{-2}$	$1,59 \cdot 10^{-2}$

Ecuación 19 : gotas en forma de esfera rígida

Ecuación 20 : gotas reales

Ecuación 22 : para sistema binario

Ecuación 24 : resistencia en la gota despreciable

Ecuación 25 : gotas estancadas y achatadas en los polos

Ecuación 27 : gotas esféricas con circulación interna

Ecuación 29 : gotas en fila

(SC) sin condiciones (C) cumple condiciones (NC) no cumple condiciones de las correlaciones
(fuera del rango de validez)

Tabla 6 : (Continuación)

b) Para Gota Descendente

d_g (cm)	D_c (cm ² /seg)	Ec. 19 (SC) (cm/seg)	Ec. 20 (NC) (cm/seg)	Ec. 22 (C) (cm/seg)	Ec. 24 (SC) (cm/seg)	Ec. 25 (C) (cm/seg)	Ec. 27 (C) (cm/seg)	Ec. 29 (NC) (cm/seg)
0,38	1 10 ⁻⁵	7,56 10 ⁻²	1,85 10 ⁻²	1,51 10 ⁻²	1,79 10 ⁻³	3,75 10 ⁻⁴	1,18 10 ⁻²	1,20 10 ⁻²
	1 10 ⁻⁶	4,06 10 ⁻²	5,86 10 ⁻³	4,51 10 ⁻³	9,16 10 ⁻⁴	1,19 10 ⁻⁴	3,74 10 ⁻³	5,47 10 ⁻³
	1 10 ⁻⁷	2,18 10 ⁻²	1,85 10 ⁻³	1,24 10 ⁻³	2,49 10 ⁻⁴	3,75 10 ⁻⁵	1,18 10 ⁻³	2,69 10 ⁻³
0,28	1 10 ⁻⁵	7,73 10 ⁻²	1,75 10 ⁻²	1,43 10 ⁻²	1,06 10 ⁻³	3,67 10 ⁻⁴	1,21 10 ⁻²	9,99 10 ⁻³
	1 10 ⁻⁶	4,15 10 ⁻²	5,54 10 ⁻³	4,50 10 ⁻³	9,49 10 ⁻⁴	1,16 10 ⁻⁴	3,83 10 ⁻³	4,29 10 ⁻³
	1 10 ⁻⁷	2,23 10 ⁻²	1,75 10 ⁻³	1,26 10 ⁻³	2,75 10 ⁻⁴	3,67 10 ⁻⁵	1,21 10 ⁻³	2,08 10 ⁻³

Ecuación 19 : gotas en forma de esfera rígida

Ecuación 20 : gotas reales

Ecuación 22 : para sistema binario

Ecuación 24 : resistencia en la gota despreciable

Ecuación 25 : gotas estancadas y achatadas en los polos

Ecuación 27 : gotas esféricas con circulación interna

Ecuación 29 : gotas en fila

(SC) sin condiciones (C) cumple condiciones (NC) no cumple condiciones de las correlaciones
(fuera del rango de validez)

Tabla 7 : Coeficientes Globales de Transferencia de Masa Empíricos

a) Gota Ascendente

d_g (cm)	D_d (cm ² /seg)	D_c (cm ² /seg)	k_d (cm/seg)	k_c (cm/seg)	K_{Emp} (cm/seg)
0,38	$1 \cdot 10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$5,96 \cdot 10^{-3}$	$1,12 \cdot 10^{-2}$	$4,52 \cdot 10^{-3}$
	$1 \cdot 10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$9,78 \cdot 10^{-4}$	$1,12 \cdot 10^{-2}$	$9,29 \cdot 10^{-4}$
	$1 \cdot 10^{-7}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$1,60 \cdot 10^{-4}$	$1,12 \cdot 10^{-2}$	$1,59 \cdot 10^{-4}$
0,28	$1 \cdot 10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$4,39 \cdot 10^{-3}$	$1,25 \cdot 10^{-2}$	$3,63 \cdot 10^{-3}$
	$1 \cdot 10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$7,20 \cdot 10^{-4}$	$1,25 \cdot 10^{-2}$	$6,96 \cdot 10^{-4}$
	$1 \cdot 10^{-7}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$1,18 \cdot 10^{-4}$	$1,25 \cdot 10^{-2}$	$1,17 \cdot 10^{-4}$

UNIVERSIDAD TECNICA
 FEDERICO SANTA MARIA
 BIBLIOTECA CENTRAL
 Inventario:

Tabla 7 : (Continuación)

b) Gota Descendente

d_g (cm)	D_c (cm ² /seg)	D_d (cm ² /seg)	k_d (cm/seg)	k_c (cm/seg)	K_{Emp} (cm/seg)
0,38	$8 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$4,67 \cdot 10^{-3}$	$1,18 \cdot 10^{-2}$	$5,04 \cdot 10^{-3}$
	$8 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$4,67 \cdot 10^{-3}$	$3,74 \cdot 10^{-3}$	$2,63 \cdot 10^{-3}$
	$8 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-7}$	$4,67 \cdot 10^{-3}$	$1,18 \cdot 10^{-3}$	$1,04 \cdot 10^{-3}$
0,28	$8 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$2,95 \cdot 10^{-3}$	$1,21 \cdot 10^{-2}$	$3,81 \cdot 10^{-3}$
	$8 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$2,95 \cdot 10^{-3}$	$3,83 \cdot 10^{-3}$	$2,30 \cdot 10^{-3}$
	$8 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-7}$	$2,95 \cdot 10^{-3}$	$1,21 \cdot 10^{-3}$	$9,94 \cdot 10^{-4}$

CAPITULO IV

ANALISIS DE RESULTADOS

La incerteza en el valor de la difusividad del complejo de cobre (materia de otro trabajo que se está realizando), hace difícil relacionar los resultados experimentales con aquellos obtenidos de ecuaciones empíricas.

Debido a lo anterior se desarrolla un estudio de sensibilidad que se muestra en la tabla 8. Esta tabla muestra la importancia relativa de las resistencias difusionales y cinética sobre la resistencia total a la transferencia de masa. La resistencia cinética se calcula a partir de la ecuación 8, reemplazando como coeficiente global de transferencia de masa el obtenido experimentalmente y los coeficientes para ambas fases dados por las ecuaciones empíricas. De un análisis de los valores obtenidos es posible observar lo siguiente:

- En el caso de gota ascendente, la resistencia cinética se hace significativa para difusividades del complejo de cobre del orden de magnitud de 10^{-6} y 10^{-5} (cm^2/seg) y despreciable para el caso de una difusividad del orden de 10^{-7} (cm^2/seg). (La difusividad del ión cúprico es conocida y tiene el valor de $8 \cdot 10^{-6}$ (cm^2/seg)).
- En el caso de gota descendente, la resistencia es significativa en todo el rango de difusividades del complejo de cobre estudiado (10^{-7} a 10^{-5} (cm^2/seg)).

Tabla 8 : Influencia Relativa de las Resistencias Difusionales y Cinética sobre la Resistencia a la Transferencia de Masa Total

a) Gota Ascendente

d_g	D_d	D_c	Resistencia fase continua	Resistencia fase dispersa	Resistencia cinética
(cm)	(cm ² /seg)	(cm ² /seg)	%	%	%
0,38	10 ⁻⁵	8 10 ⁻⁶	3	9	88
	10 ⁻⁶	8 10 ⁻⁶	3	54	43
	10 ⁻⁷	8 10 ⁻⁶	1	99	0
0,28	10 ⁻⁵	8 10 ⁻⁶	2	11	87
	10 ⁻⁶	8 10 ⁻⁶	2	68	30
	10 ⁻⁷	8 10 ⁻⁶	1	99	0

Tabla 8 : (Continuación)

b) Gota Descendente

d_g	D_d	D_c	Resistencia fase dispersa	Resistencia fase continua	Resistencia cinética
(cm)	(cm ² /seg)	(cm ² /seg)	%	%	%
0,38	$8 \cdot 10^{-6}$	10^{-5}	6	4	90
	$8 \cdot 10^{-6}$	10^{-6}	6	14	80
	$8 \cdot 10^{-6}$	10^{-7}	6	45	49
0,28	$8 \cdot 10^{-6}$	10^{-5}	10	2	88
	$8 \cdot 10^{-6}$	10^{-6}	10	8	72
	$8 \cdot 10^{-6}$	10^{-7}	10	24	66

- En el caso de gota ascendente la resistencia difusional se concentra, en todos los casos, en la fase dispersa, siendo más significativa para difusividades del complejo de cobre de 10^{-7} y 10^{-6} (cm^2/seg).
- Para gota descendente esta tendencia se presenta en forma diferente. La resistencia difusional se localiza preferentemente en la fase continua para diámetro de gota de 0,38 (cm). Sin embargo, para diámetro de gota de 0,28 (cm) esta resistencia se concentra en la fase dispersa para difusividades del complejo de cobre del orden de 10^{-5} (cm^2/seg) y en la fase continua para una difusividad del orden de 10^{-7} (cm^2/seg).

La presencia de una resistencia adicional de tipo cinético se ratifica en la tabla 7, en la cual se observa que, para todo el rango de difusividades del complejo de cobre empleadas, el coeficiente empírico es mayor que el experimental.

De la tabla 4 se observa que los coeficientes de transferencia de masa experimentales difieren entre sí para distintos tiempos de formación e iguales diámetros de gota. En general, los coeficientes son mayores para tiempos de formación menores.

De la tabla 9 es posible observar que las velocidades de extracción aumentan significativamente al disminuir los tiempos de formación durante el período de formación de la gota.

Ambos hechos, mencionados anteriormente, indicarían la presencia de turbulencias en el interior de la gota, cuya magnitud depende de la velocidad con que ésta se

Tabla 9 : Cantidad de Cobre Extraído y Velocidad de Extracción Durante los Períodos de Formación de la Gota y de Residencia en la Columna

a) Gota Ascendente

t_f	d_g	t_r máximo	$[Cu]_2$ máximo	$[Cu]_1$	Período de Formación		Período de Residencia	
					$(\frac{\text{gr Cu}}{\text{seg}})$	(gr Cu)	$(\frac{\text{gr Cu}}{\text{seg}})$	(gr Cu)
(seg)	(cm)	(seg)	(gr/l)	(gr/l)				
1,5	0,38	6,9	0,86	0,210	$4,02 \cdot 10^{-6}$	$6,03 \cdot 10^{-6}$	$2,70 \cdot 10^{-6}$	$1,86 \cdot 10^{-5}$
4,0	0,38	7,6	0,90	0,301	$2,15 \cdot 10^{-6}$	$8,61 \cdot 10^{-6}$	$2,27 \cdot 10^{-6}$	$1,72 \cdot 10^{-5}$
1,5	0,28	13,9	1,87	0,393	$2,99 \cdot 10^{-6}$	$4,49 \cdot 10^{-6}$	$1,22 \cdot 10^{-6}$	$1,69 \cdot 10^{-5}$
4,0	0,28	15,2	2,19	0,415	$1,15 \cdot 10^{-6}$	$4,60 \cdot 10^{-6}$	$1,34 \cdot 10^{-6}$	$2,05 \cdot 10^{-5}$

Tabla 9 : (Continuación)

b) Gota Descendente

t_f	d_g	t_r máximo	$[Cu]_2$ máximo	$[Cu]_1$	Período de Formación		Período de Residencia	
					$(\frac{\text{gr Cu}}{\text{seg}})$	(gr Cu)	$(\frac{\text{gr Cu}}{\text{seg}})$	(gr Cu)
(seg)	(cm)	(seg)	(gr/l)	(gr/l)				
1,5	0,38	14,0	10,29	11,66	$6,48 \cdot 10^{-6}$	$9,73 \cdot 10^{-6}$	$2,81 \cdot 10^{-6}$	$3,93 \cdot 10^{-5}$
4,0	0,38	13,4	10,32	11,31	$4,95 \cdot 10^{-6}$	$1,98 \cdot 10^{-5}$	$2,12 \cdot 10^{-6}$	$2,84 \cdot 10^{-5}$
1,5	0,28	16,7	9,91	11,20	$6,13 \cdot 10^{-6}$	$9,19 \cdot 10^{-6}$	$8,88 \cdot 10^{-7}$	$1,48 \cdot 10^{-5}$
4,0	0,28	18,9	9,74	10,66	$3,86 \cdot 10^{-6}$	$1,54 \cdot 10^{-5}$	$5,57 \cdot 10^{-7}$	$1,05 \cdot 10^{-5}$

forma, y que influye notablemente en la transferencia de masa durante el período de ascenso y descenso de la gota. La influencia del tiempo de formación de la gota en la segunda etapa de vida de ésta no es considerada por las relaciones empíricas empleadas en este trabajo.

Dos observaciones realizadas en la tabla 9 ponen de manifiesto la importancia que tiene el período de formación sobre la transferencia de masa total:

- Se observa que, en general, las velocidades de extracción durante el período de formación de la gota son mayores respecto a las velocidades de extracción durante el período de ascenso o descenso. Para el caso de gota ascendente esta tendencia no se presenta claramente, pero en el caso de gota descendente la velocidad de extracción en el primer período de la gota es entre aproximadamente 50 y 80 % mayor que en el segundo período.
- El cobre transferido durante la etapa de formación no es despreciable respecto al extraído en el período de ascenso o descenso. Las cantidades transferidas en estas últimas etapas son sólo de dos a cinco veces mayores que aquellas extraídas en la etapa de formación. Esto último resulta significativo considerando que los tiempos de residencia son, en general, de dos a once veces mayores que los tiempos de formación.

De las tablas 3 y 4 es posible observar lo siguiente:

- En el caso de gota ascendente, los valores de la velocidad de extracción y, por ende, de los coeficientes de transferencia de masa experimentales durante los períodos de ascenso y descenso tienden a ser constantes para iguales tiempos de for-

mación y diferentes diámetros de gota.

- Sin embargo, en el caso de gota descendente, estos mismos valores para diámetro de gota de 0,38 (cm) son aproximadamente 50 % mayores que para diámetro de gota de 0,28 (cm), considerando un mismo tiempo de formación.

- Se observa, además, que los coeficientes de transferencia de masa experimentales para gota ascendente son, en general, mayores que para gota descendente a iguales tiempos de formación y diámetros de gota. Es necesario recordar que la fase orgánica posee una viscosidad tres veces mayor que la fase acuosa y, probablemente, una difusividad inferior. Al encontrarse el líquido orgánico en fase dispersa (gota ascendente), fluye con circulación interna, lo que significa una menor resistencia con respecto a cuando está en fase continua o estacionaria (gota descendente), Esto se traduciría en mejores coeficientes para gota ascendente.

CAPITULO V

CONCLUSIONES

Del trabajo presentado es posible deducir las siguientes conclusiones:

- 1) Este trabajo adquirirá una mayor importancia una vez que el valor de la difusividad del complejo de cobre sea claramente determinado, puesto que permitirá realizar un análisis más concluyente sobre la relación que se presenta entre los resultados experimentales y empíricos y podrá establecerse, con mayor claridad, la importancia relativa entre las resistencias cinética y difusionales.
- 2) A pesar de lo anterior, es posible concluir con certeza que, para el sistema estudiado:
 - en el caso de gota descendente el fenómeno de transferencia de masa se encuentra principalmente bajo control cinético.
 - la velocidad de extracción resulta independiente del diámetro de gota para el sistema de gota ascendente, tendencia que coincide con lo determinado en literatura (Ref. 1). En cambio, en el caso de gota descendente los valores medidos indican un aumento de la velocidad de extracción para diámetros de gota mayores.
- 3) Los coeficientes de transferencia de masa y las velocidades de extracción, obtenidos experimentalmente, disminuyen al aumentar los tiempos de formación para un mismo diámetro de gota. Esto se atribuye a turbulencias producidas durante el período de formación, cuya magnitud depende de la velocidad con que ésta se forma, influyendo notablemente sobre la trans-

ferencia de masa durante la etapa de ascenso o descenso de la gota. Este hecho no es considerado por las relaciones empíricas empleadas en este trabajo.

4) La etapa de formación de la gota es altamente significativa por la velocidad con que se realiza la extracción y la cantidad de cobre considerable que se transfiere respecto al período de ascenso o descenso de la gota. Estos hechos hacen que esta etapa sea interesante de ser estudiada más ampliamente.

5) Para obtener mejores velocidades de extracción de cobre en el rango de trabajo y sistema estudiados, se recomienda disponer de un gran número de formadores de gota y utilizar tiempos de formación pequeños, de modo de favorecer la circulación interna de la gota.

6) En general, el equipo y la técnica empleados para la obtención de datos experimentales resultaron satisfactorios para el cumplimiento de los objetivos propuestos. El equipo presenta la ventaja de permitir trabajar a áreas de contacto conocidas y constantes, a tiempos de formación, tiempos de residencia y temperaturas fáciles de controlar con alta precisión. Para el caso de gota descendente se presenta la desventaja del largo tiempo que se requiere para evacuar el volumen inicial de agua destilada presente en el captagotas. En general, ya una columna de dos metros de altura presenta dificultades para su operación y limpieza, lo que limita la medición de tiempos de residencia mayores que 19 (seg).

7) Para lograr establecer con mayor claridad las diferencias obtenidas para el caso de sistemas con gota ascendente y descendente y las tendencias generales que siguen los resultados, es necesaria una mayor evidencia experimental. Sin embargo, este trabajo puede considerarse exitoso en cuanto a los objetivos propuestos y válido como aporte de nuevos resultados al proyecto que investiga la extracción líquido-líquido de cobre.

NOMENCLATURA

- A : área de transferencia de masa, (cm^2)
 a : concentración de cobre para $t_r = 0$, en (g/l)
 b : constante determinada en sección 3.1.1., (g/l seg)
 c_j : concentración del componente j
 $[\text{Cu}]$: concentración de cobre en fase acuosa, (g/l)
 $\overline{[\text{Cu}]}$: concentración de cobre en fase orgánica, (g/l)
 d_g : diámetro de gota, (cm)
 D_j : difusividad del componente j , (cm^2/seg)
 g : aceleración de gravedad, 980 (cm/seg^2)
 K_j : coeficiente global de transferencia de masa para el componente j , (cm/seg)
 k_j : coeficiente individual de transferencia de masa para el componente j , (cm/seg)
 k^+ , k^- : constantes cinéticas para el componente j
 m' : pendiente de la curva de equilibrio
 N_j : velocidad de transferencia de masa para el componente j , ($\text{mol}/\text{cm}^2 \text{ seg}$)
 N : número total de gotas
 N_{Sh} : $k_j d_g / D_j$
 N_{Re} : $d_g v \rho / \mu$
 N_{Tm} : $4 D_j t / d_g^2$
 N_{We} : $d_g v^2 \rho / \sigma$
 N_{Sc} : $\mu / \rho D_j$
 N_{P} : $\sigma^3 \rho^2 / g u^4 \Delta \rho$

- N_{Pe} : $d_g v / D_j$
 N_{Eo} : $g \Delta \rho d_g^2 / \nabla$
 N_M : $g u^4 \Delta \rho / \rho_c^2 \nabla^3$
 R_i : velocidad de extracción, (mol/ cm² seg)
 T : temperatura, (°C)
 t_f : tiempo de formación, (seg)
 t_T : tiempo total, (seg)
 t_r : tiempo de residencia, (seg)
 V_d : volumen desplazado, (cm³)
 V : volumen de la gota, (cm³)
 v : velocidad terminal de la gota, (cm/seg)

 u : viscosidad, (cP)
 π : constante igual 3,1416
 ∇ : tensión superficial, (dina/cm)
 ρ : densidad, (g/cm³)
 $\Delta \rho$: diferencia de densidades, (g/cm³)

Subíndices

- b : seno de la fase
 c : fase continua
 d : fase dispersa
 e : equilibrio

- g : relativo a la gota
- i : relativo a la interfase
- j : componente j
- y : relativo a la fase orgánica
- x : relativo a la fase acuosa
- Emp : empírico
- Exp : experimental
- 1 : posición de la gota para tiempo de contacto cero
- 2 : posición final de la gota para tiempo t_r

REFERENCIAS

1. L. A. Lobos Cebrero, "Caracterización de Fenómenos Fundamentales en la Extracción Líquido-líquido de Cobre (II), Memoria entregada a la Universidad Técnica Federico Santa María para optar al Título de Ingeniero Civil Químico, 1985.
2. J. Tumilty, R. Dalton y J. Massam, "The Acorga P-5000 Series: A Novel Range of Solvent-Extraction Reagents for Copper", Trabajo presentado ante el Third International Symposium on Advances in Extractive Metallurgy, editado por The Institution of Mining and Metallurgy, Londres, Inglaterra, 1977.
3. Teh C. Lo, Malcolm H.I. Baird, Carl Hanson, "Handbook of Solvent Extraction", John Wiley and Sons, 1983 (págs. 100-106)

APENDICE AMEDICIONES EXPERIMENTALESEXPERIENCIA 1 (Gota Ascendente)

T : 25 ($^{\circ}\text{C}$)
 d_g : 0,38 (cm)
 t_f : 1,5 (seg)
 pH : 1,6
 $[\text{Cu}]$: 12 (g/l)

t_r (seg)	$\overline{[\text{Cu}]}$ (g/l)
1,0	0,266
1,0	0,335
1,3	0,292
1,3	0,326
1,7	0,359
1,7	0,433
3,3	0,604
3,3	0,593
5,7	0,719
6,3	0,910
6,9	0,860

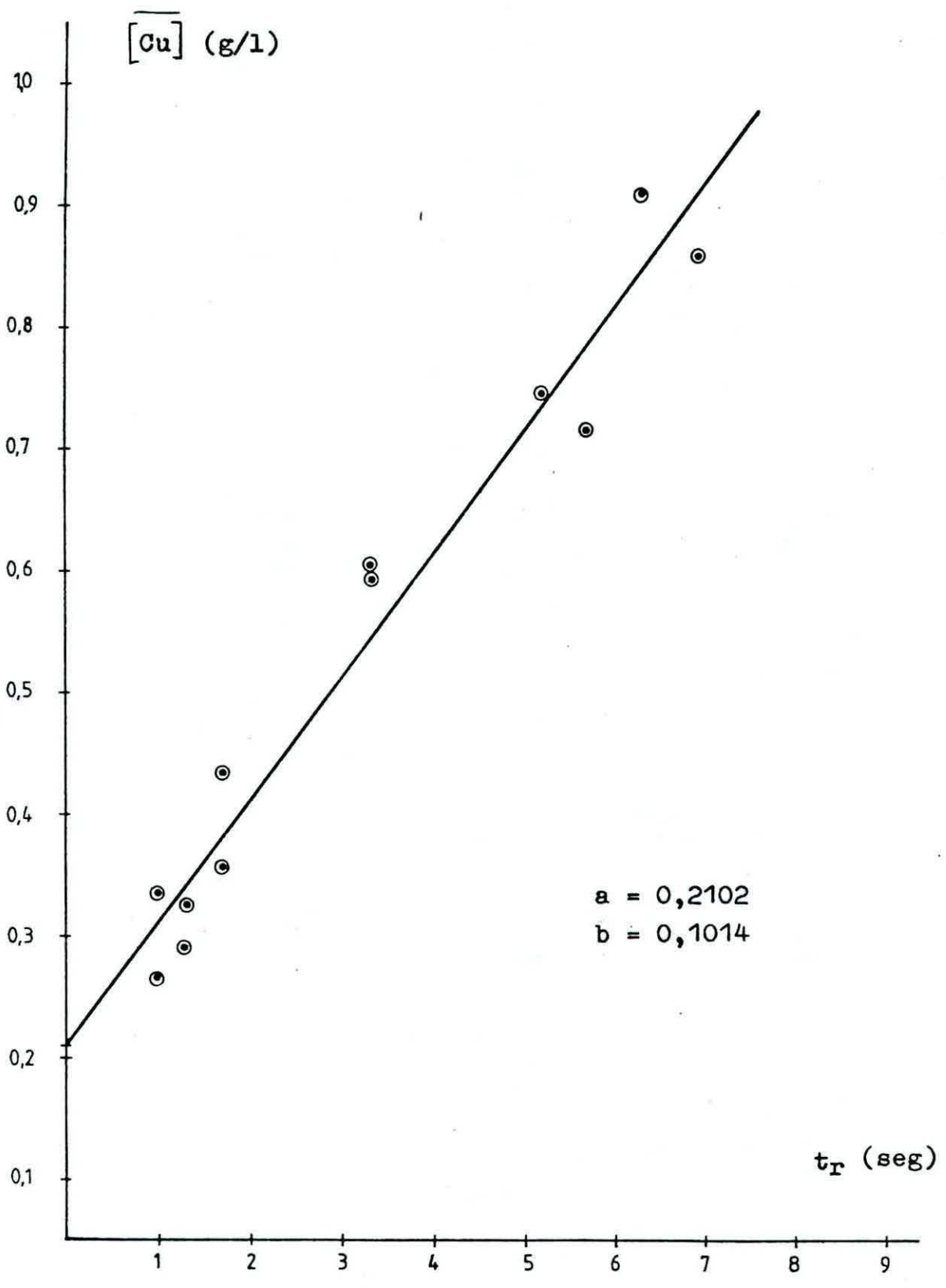


Gráfico 1 : Concentración de cobre en la fase orgánica en función del tiempo de residencia, correspondiente a la experiencia 1.

EXPERIENCIA 2 (Gota ascendente)

T : 25 ($^{\circ}\text{C}$)
 d_g : 0,38 (cm)
 t_f : 4,0 (seg)
 pH : 1,6
 $[\text{Cu}]$: 12 (g/l)

t_f (seg)	$[\text{Cu}]$ (g/l)
0,5	0,346
0,5	0,342
1,0	0,405
1,0	0,373
1,5	0,386
1,7	0,504
1,9	0,418
3,5	0,686
3,6	0,622
5,2	0,776
5,2	0,811
7,3	0,994
7,6	0,903

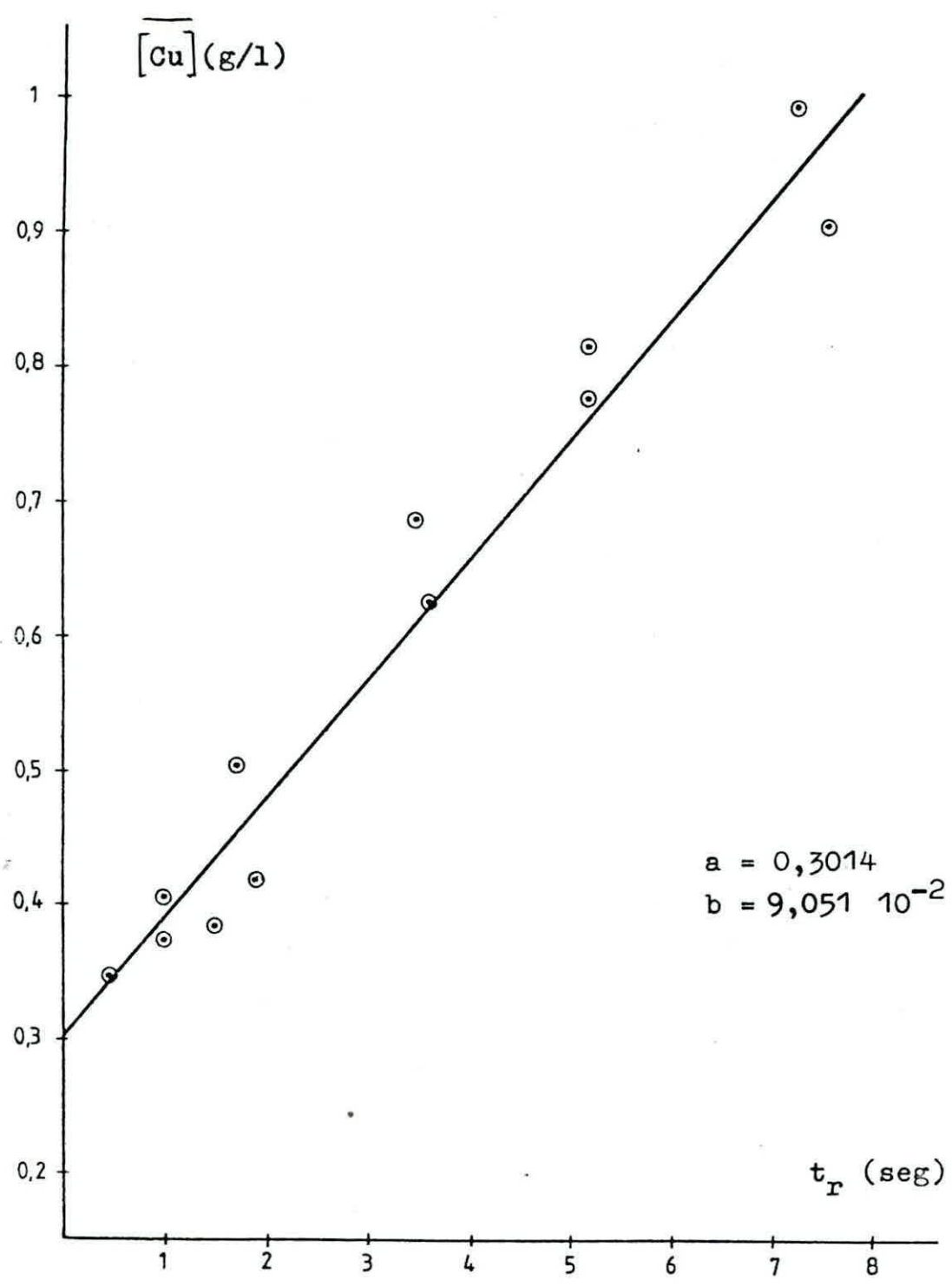


Gráfico 2 : Concentración de cobre en la fase orgánica en función del tiempo de residencia, correspondiente a la experiencia 2.

EXPERIENCIA 3 (Gota Ascendente)

T : 25 (°C)
d_g : 0,28 (cm)
t_f : 1,5 (seg)
pH : 1,6
[Cu] : 12 (g/l)

t _r (seg)	$\overline{[Cu]}$ (g/l)
2,0	0,497
2,6	0,764
4,8	0,933
6,8	1,10
8,7	1,38
10,0	1,52
11,9	1,65
13,9	1,87

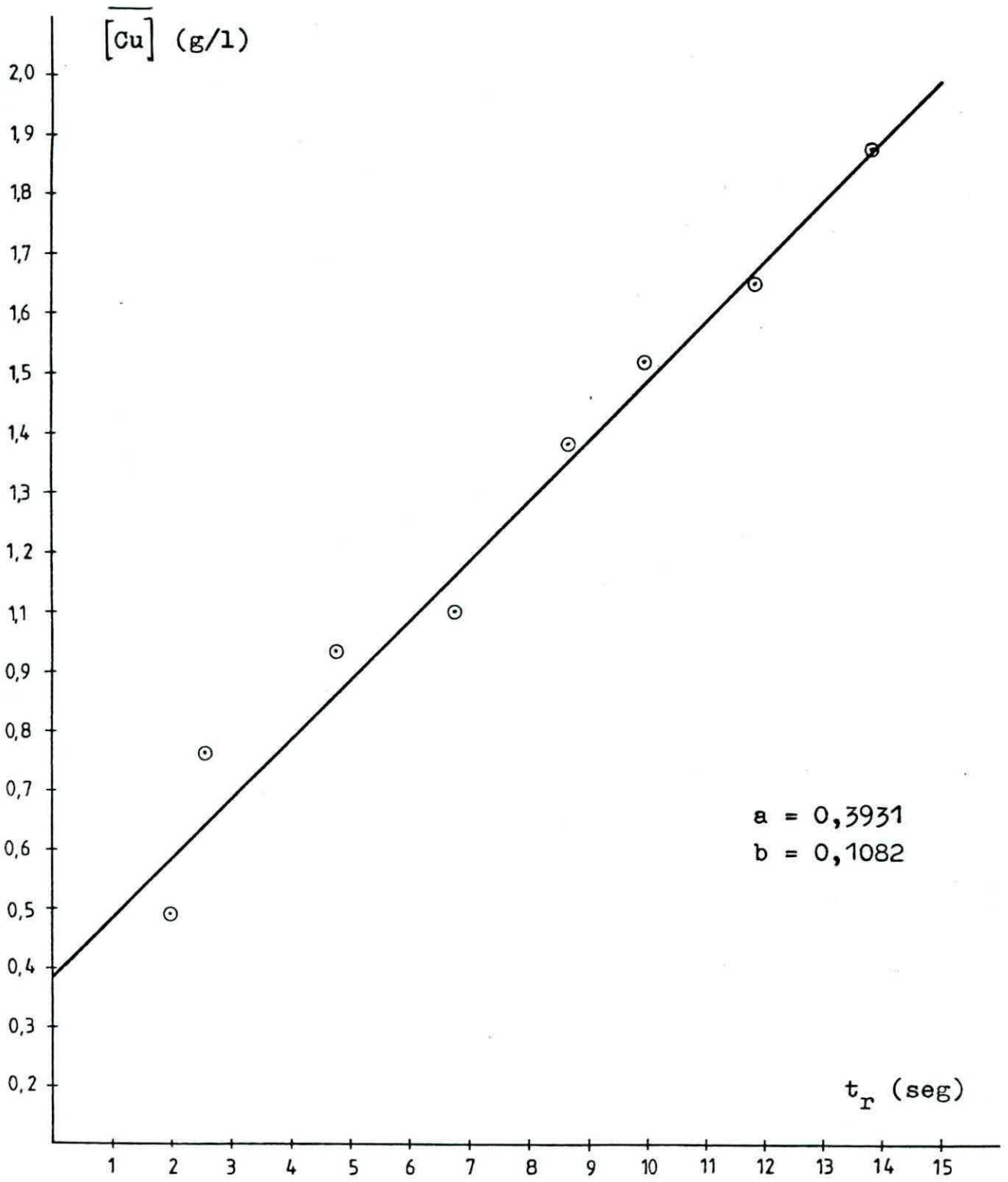


Gráfico 3 : Concentración de cobre en la fase orgánica en función del tiempo de residencia, correspondiente a la experiencia 3.

EXPERIENCIA 4 (Gota Ascendente)

T : 25 ($^{\circ}\text{C}$)
 d_g : 0,28 (cm)
 t_f : 4,0 (seg)
 pH : 1,6
 $[\text{Cu}]$: 12 (g/l)

t_r (seg)	$\overline{[\text{Cu}]}$ (g/l)
0,5	0,481
1,4	0,563
2,0	0,657
2,6	0,738
4,6	0,994
6,7	1,16
8,8	1,46
11,4	1,89
12,9	1,99
15,2	2,19

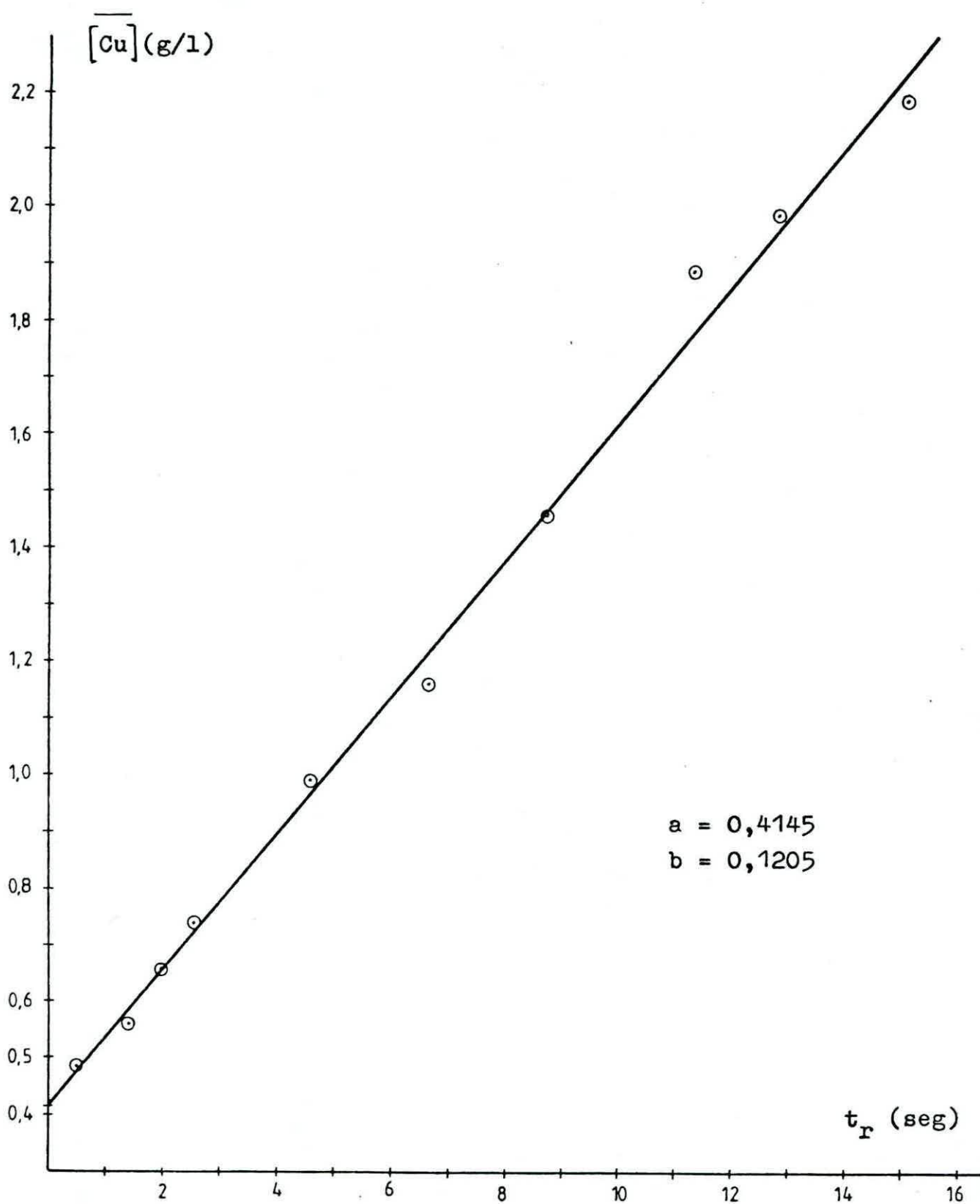


Gráfico 4 : Concentración de cobre en fase orgánica en función del tiempo de residencia, correspondiente a la experiencia 4.

EXPERIENCIA 5 (Gota Descendente)

T : 25 (°C)
d_g : 0,38 (cm)
t_f : 1,5 (seg)
pH : 1,6
[Cu] : 12 (g/l)

t _r (seg)	[Cu] (g/l)
1,6	11,68
3,2	11,34
4,9	11,22
6,6	10,71
7,5	10,73
9,2	10,56
10,5	10,54
12,3	10,51
14,0	10,29

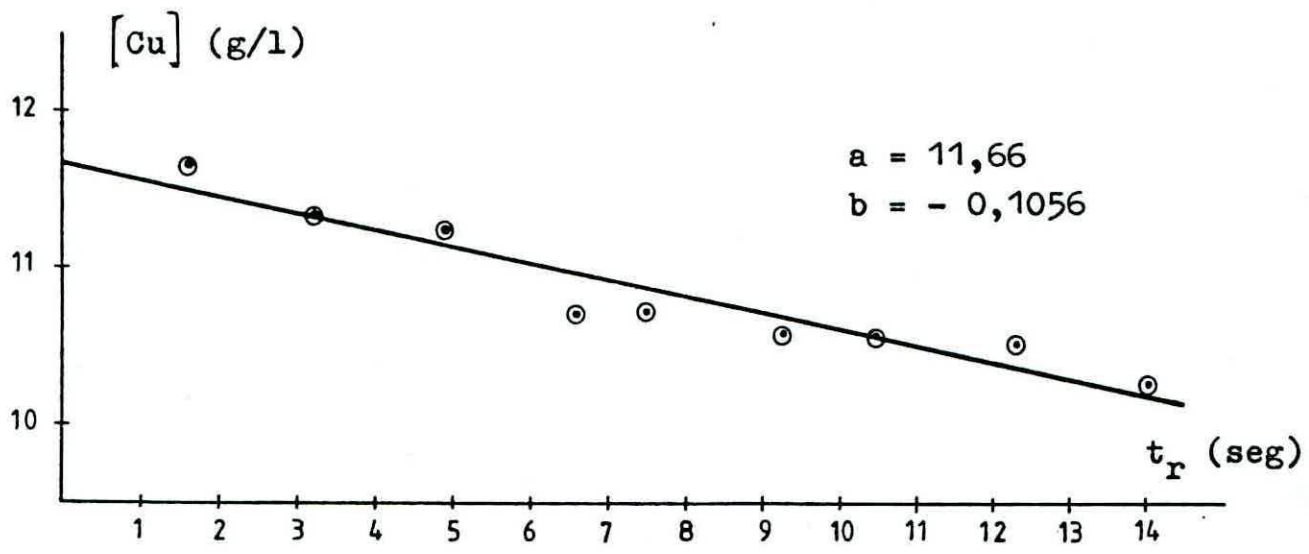


Gráfico 5 : Concentración de cobre en la fase acuosa en función del tiempo de residencia, correspondiente a la experiencia 5.

UNIVERSIDAD TECNICA
FEDERICO SANTA MARI
BIBLIOTECA CENTRAL
Inventario:

EXPERIENCIA 6 (Gota Descendente)

T : 25 (°C)
d_g : 0,38 (cm)
t_f : 4,0 (seg)
pH : 1,6
Cu : [12](g/l)

t _r (seg)	[Cu] (g/l)
1,6	11,19
3,0	11,05
4,4	10,95
6,3	10,92
7,3	10,68
8,8	10,63
10,7	10,46
12,3	10,27
13,4	10,32

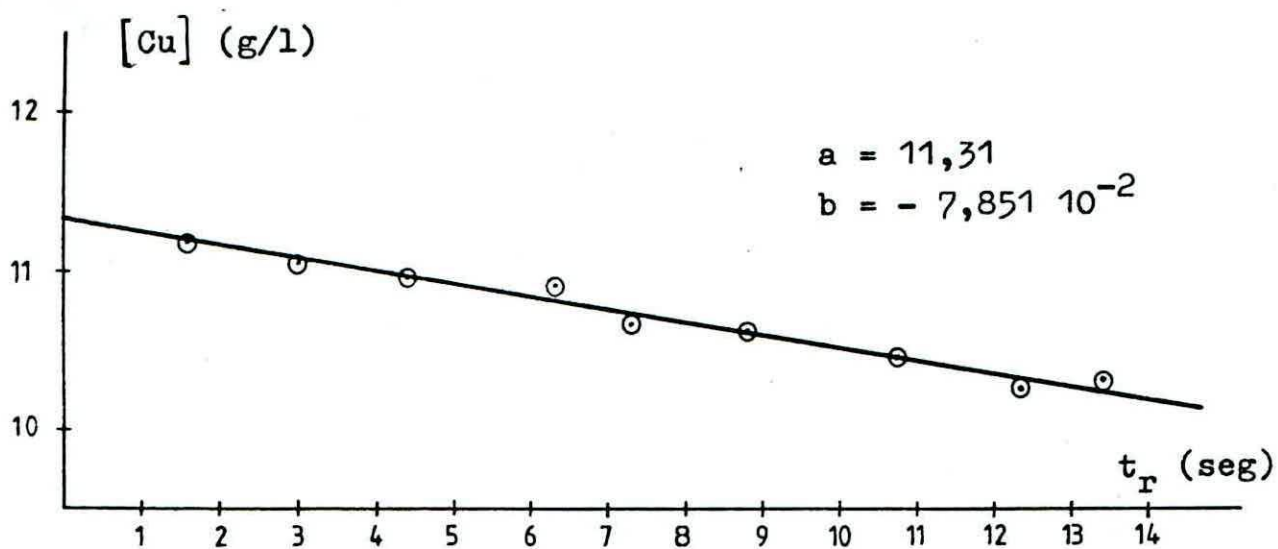


Gráfico 6 : Concentración de cobre en la fase acuosa en función del tiempo de residencia, correspondiente a la experiencia 6.

EXPERIENCIA 7 (Gota Descendente)

T : 25 (°C)
d_g : 0,28 (cm)
t_f : 1,5 (seg)
pH : 1,6
Cu : [12](g/l)

t _r (seg)	[Cu] (g/l)
11,7	10,32
13,0	10,03
14,0	10,12
16,2	9,98
17,7	9,76
18,9	9,66
16,7	9,91

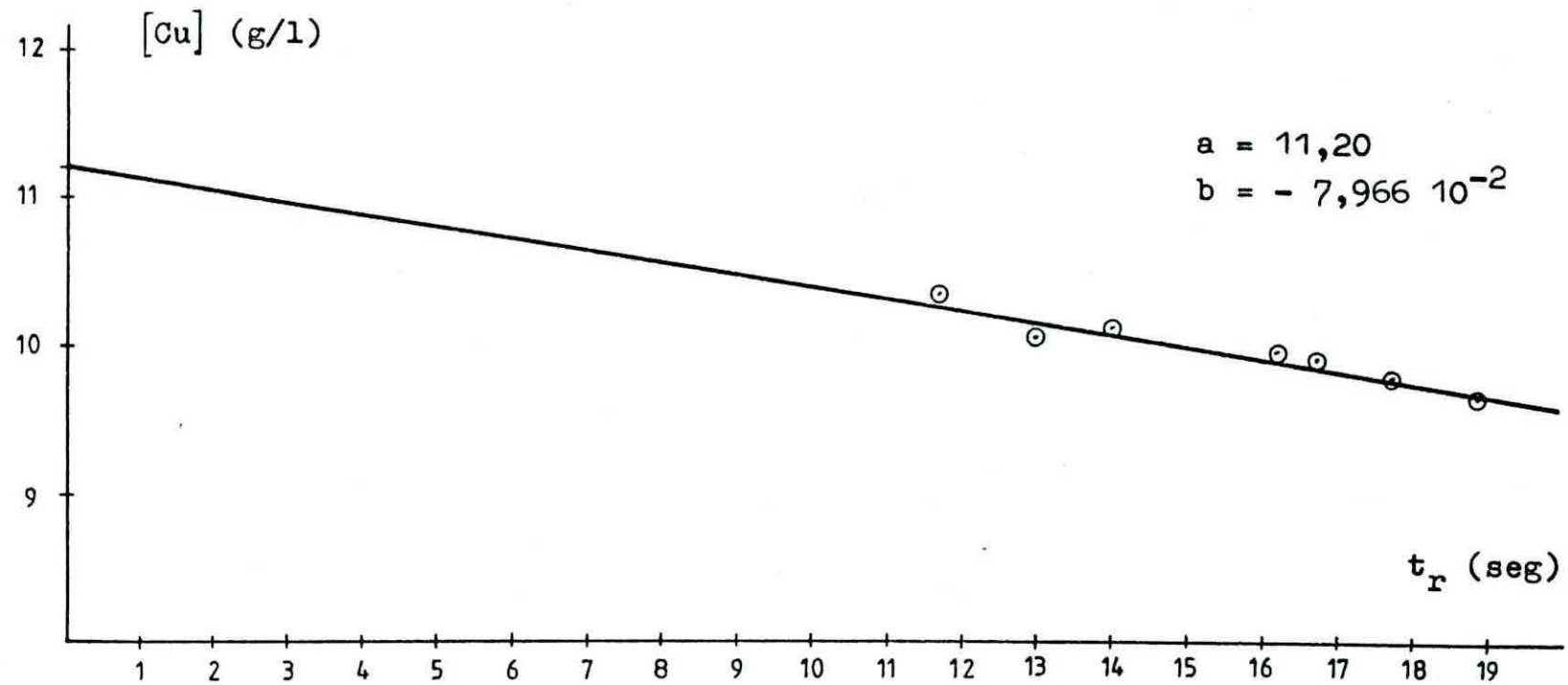


Gráfico 7 : Concentración de cobre en la fase acuosa en función del tiempo de residencia, correspondiente a la experiencia 7.

EXPERIENCIA 8 (Gota Descendente)

T : 25 (°C)
d_g : 0,28 (cm)
t_f : 4,0 (seg)
pH : 1,6
Cu : [12](g/l)

t _r (seg)	[Cu] (g/l)
6,0	10,58
7,6	10,12
9,8	9,98
12,6	10,10
15,4	9,93
16,8	9,79
18,9	9,74

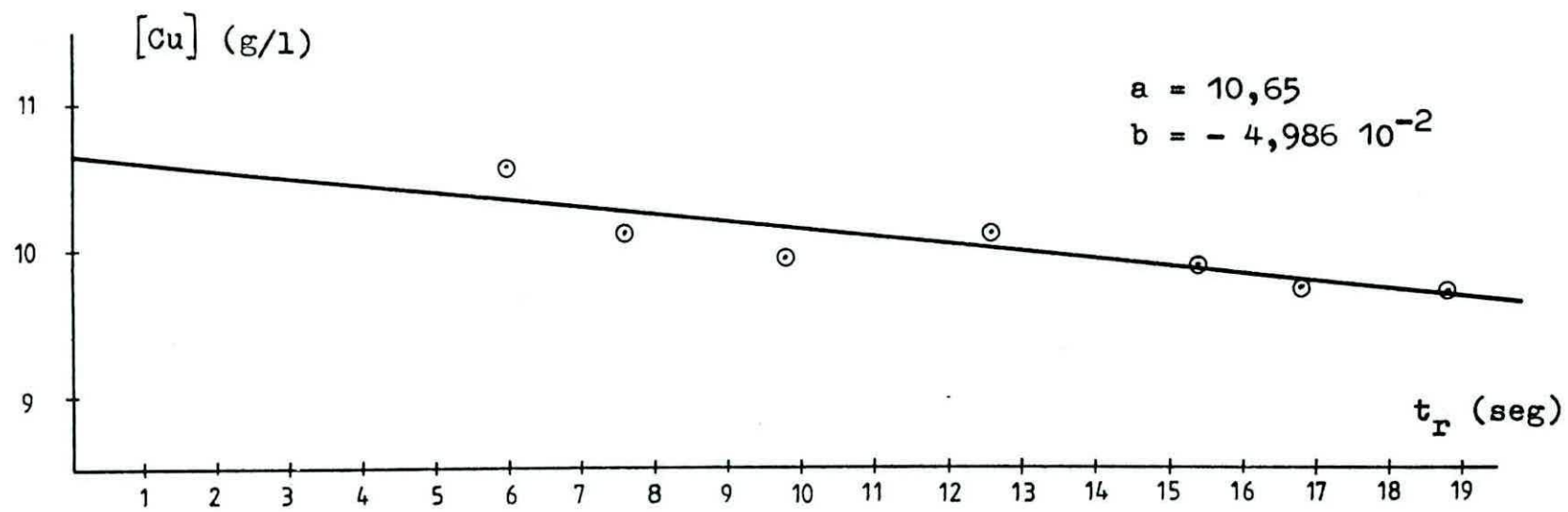


Gráfico 8 : Concentración de cobre en fase acuosa en función del tiempo de residencia, correspondiente a la experiencia 8.

APENDICE B

SEGUNDO AJUSTE DE DATOS EXPERIMENTALES

UNIVERSIDAD TECNICA
FEDERICO SANTA MARIA
BIBLIOTECA CENTRAL
Inventario:

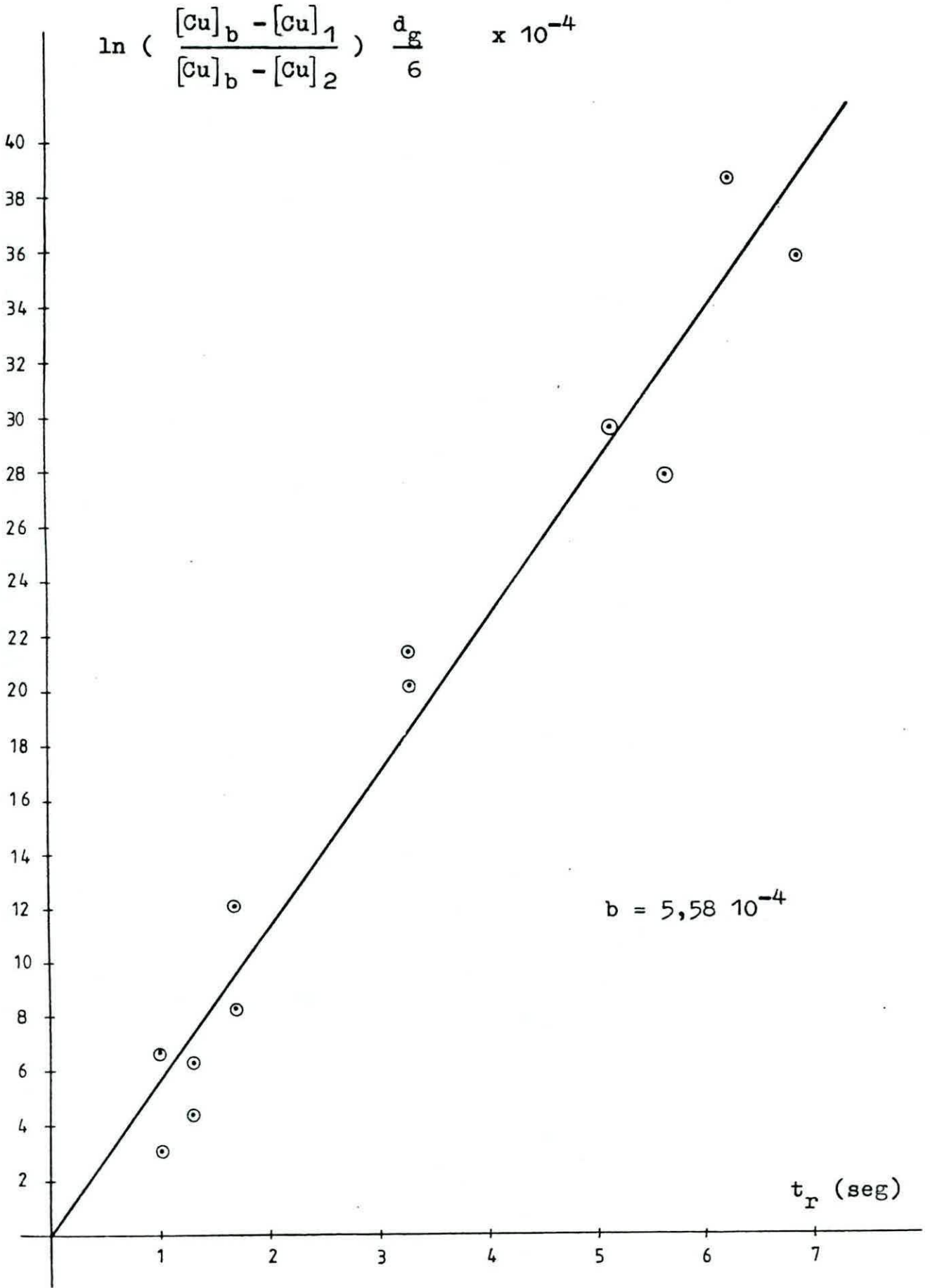


Gráfico 9 : Datos experimentales ajustados de acuerdo a la ecuación 33, correspondientes a la experiencia 1.

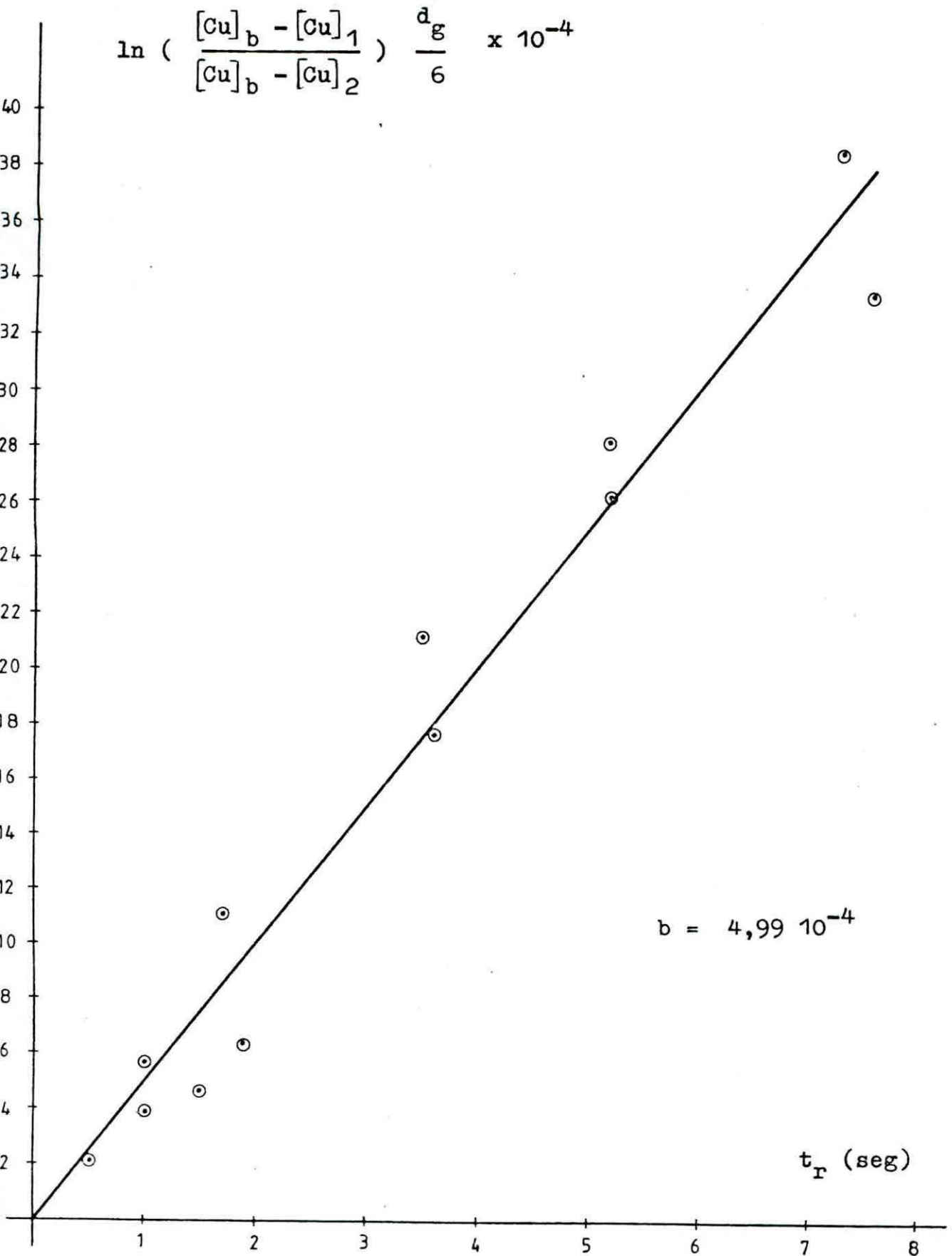


Gráfico 10 : Datos experimentales ajustados de acuerdo a la ecuación 33, correspondientes a la experiencia 2.

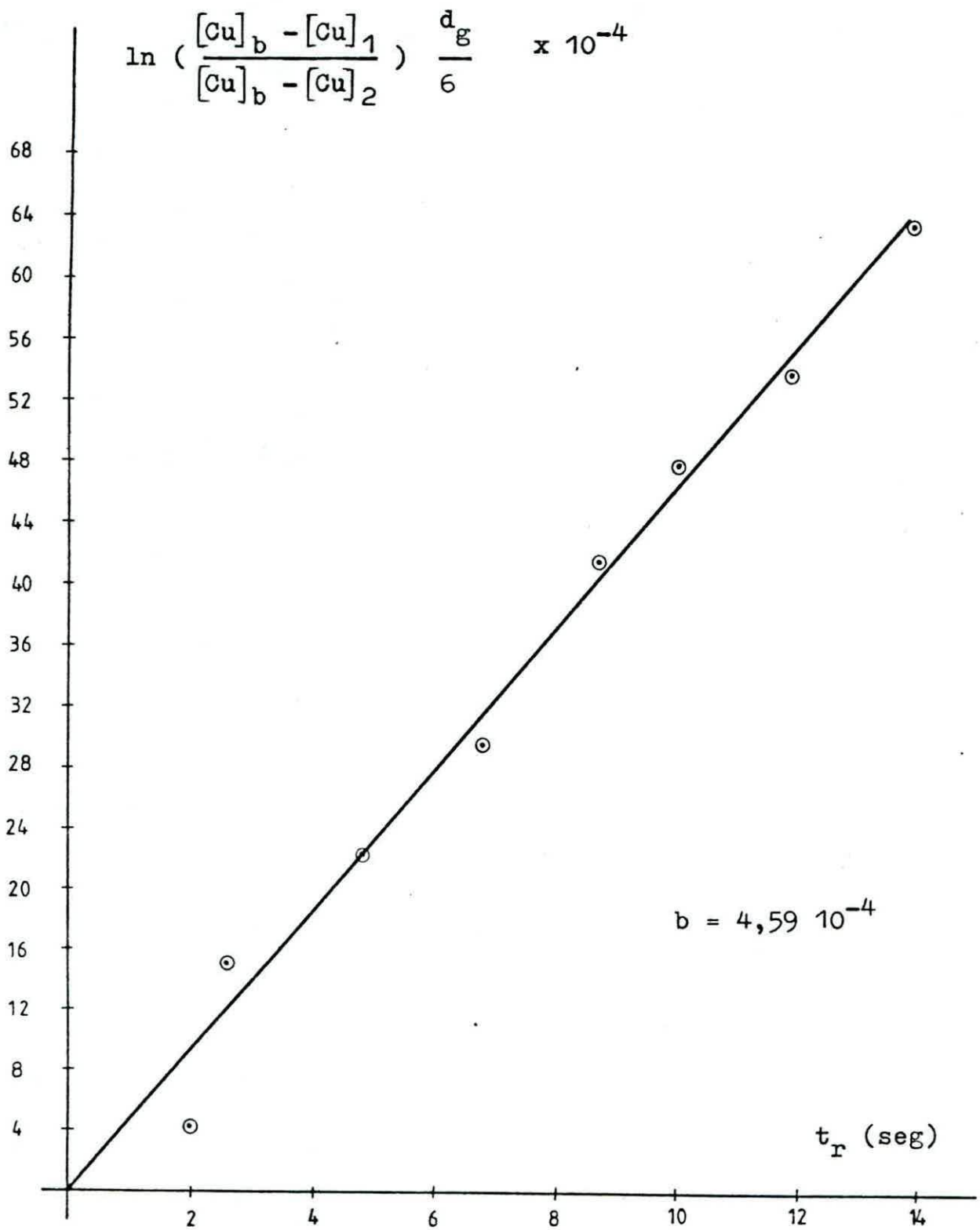


Gráfico 11 : Datos experimentales ajustados de acuerdo a la ecuación 33, correspondientes a la experiencia 3.

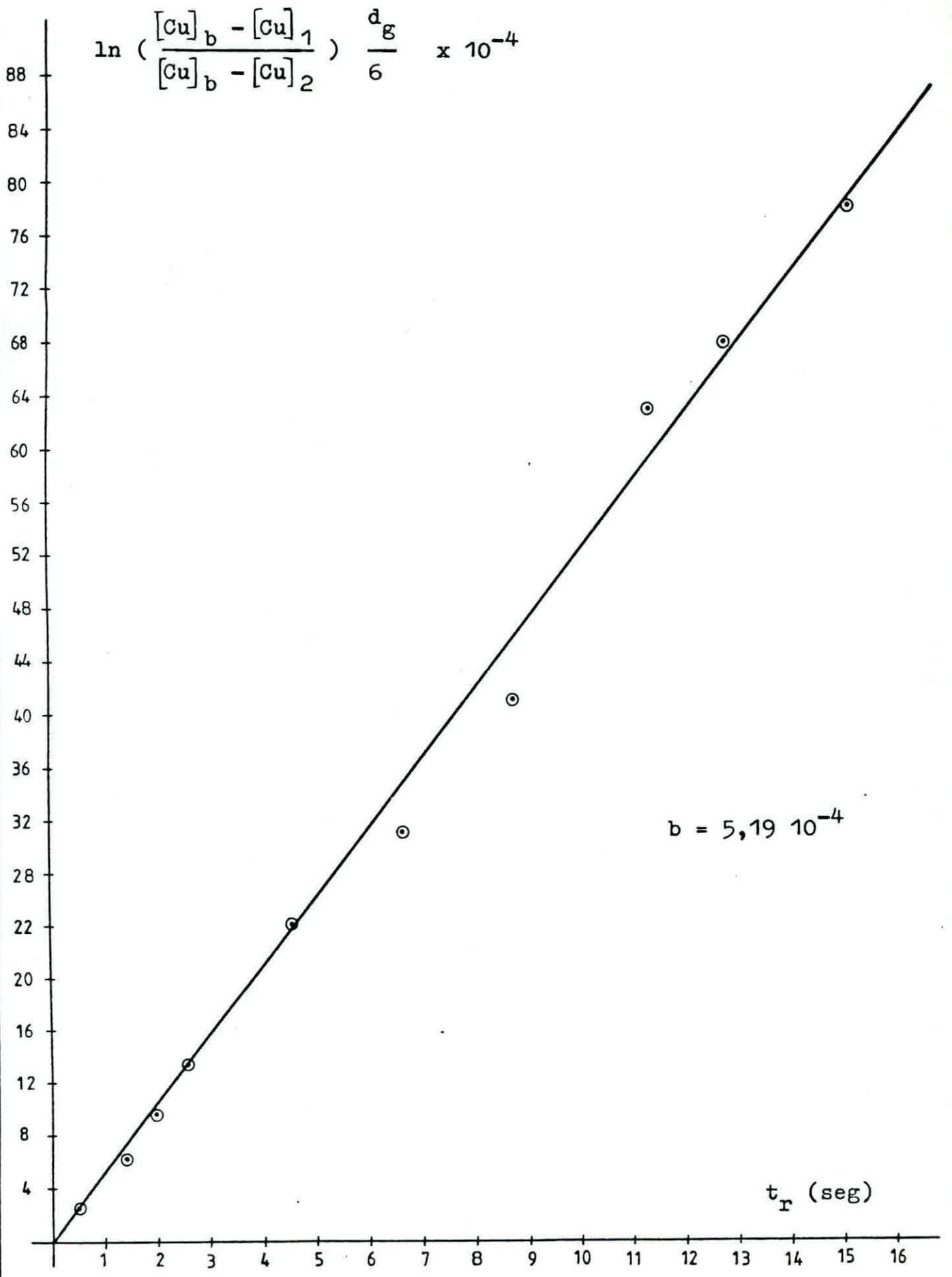


Gráfico 12 : Datos experimentales ajustados de acuerdo a la ecuación 33, correspondientes a la experiencia 4.

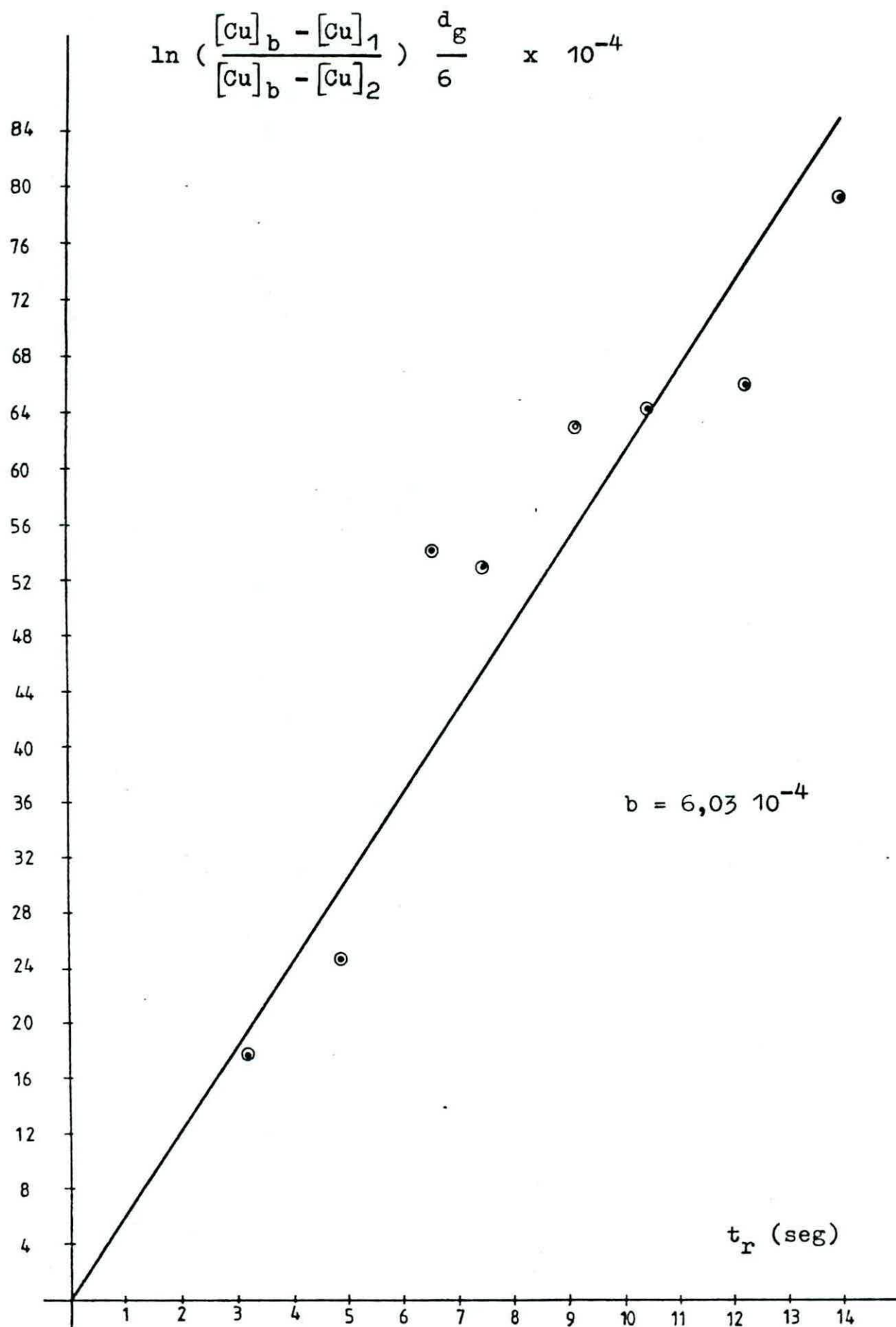


Gráfico 13 : Datos experimentales ajustados de acuerdo a la ecuación 33, correspondientes a la experiencia 5.

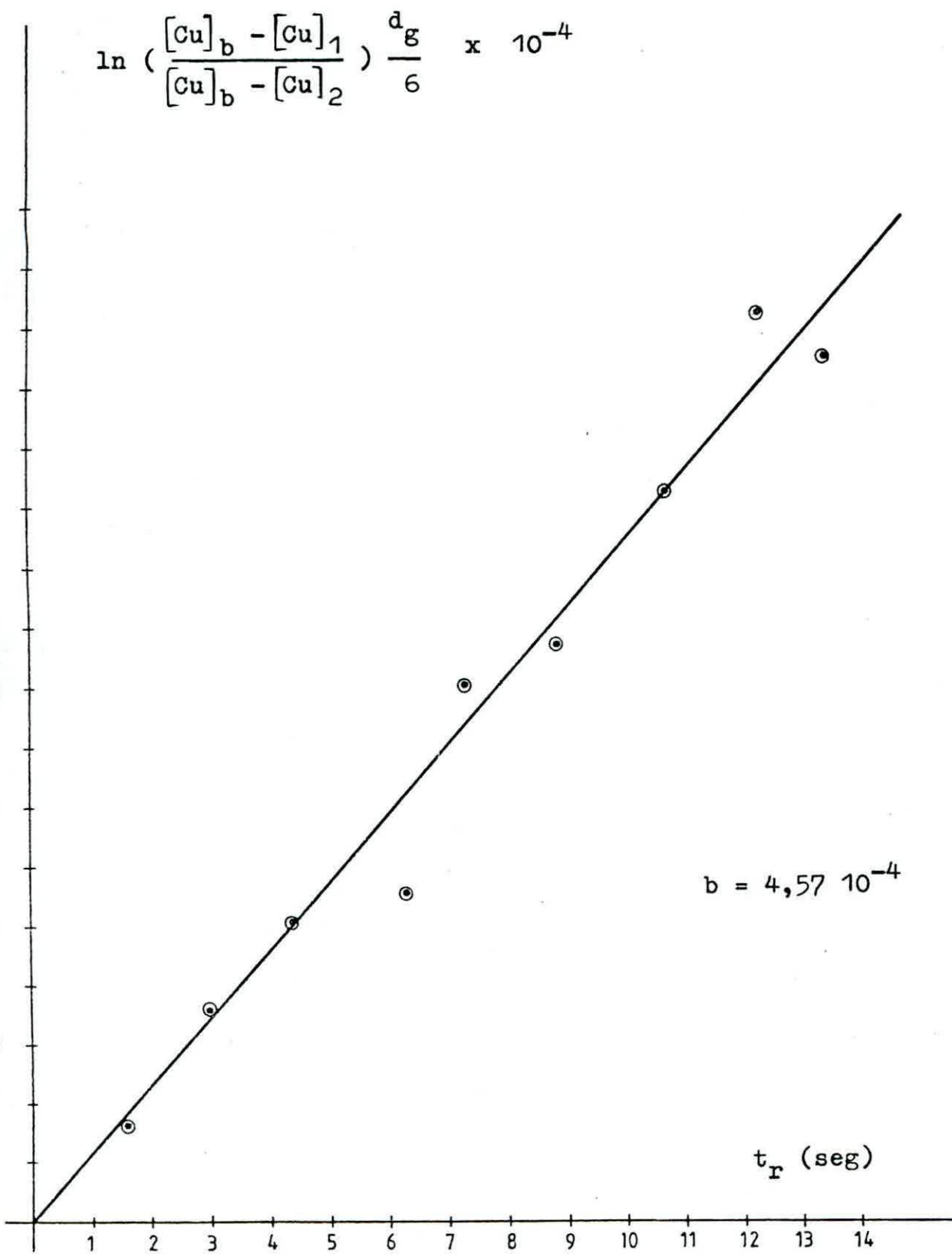


Gráfico 14 : Datos experimentales ajustados de acuerdo a la ecuación 33, correspondientes a la experiencia 6

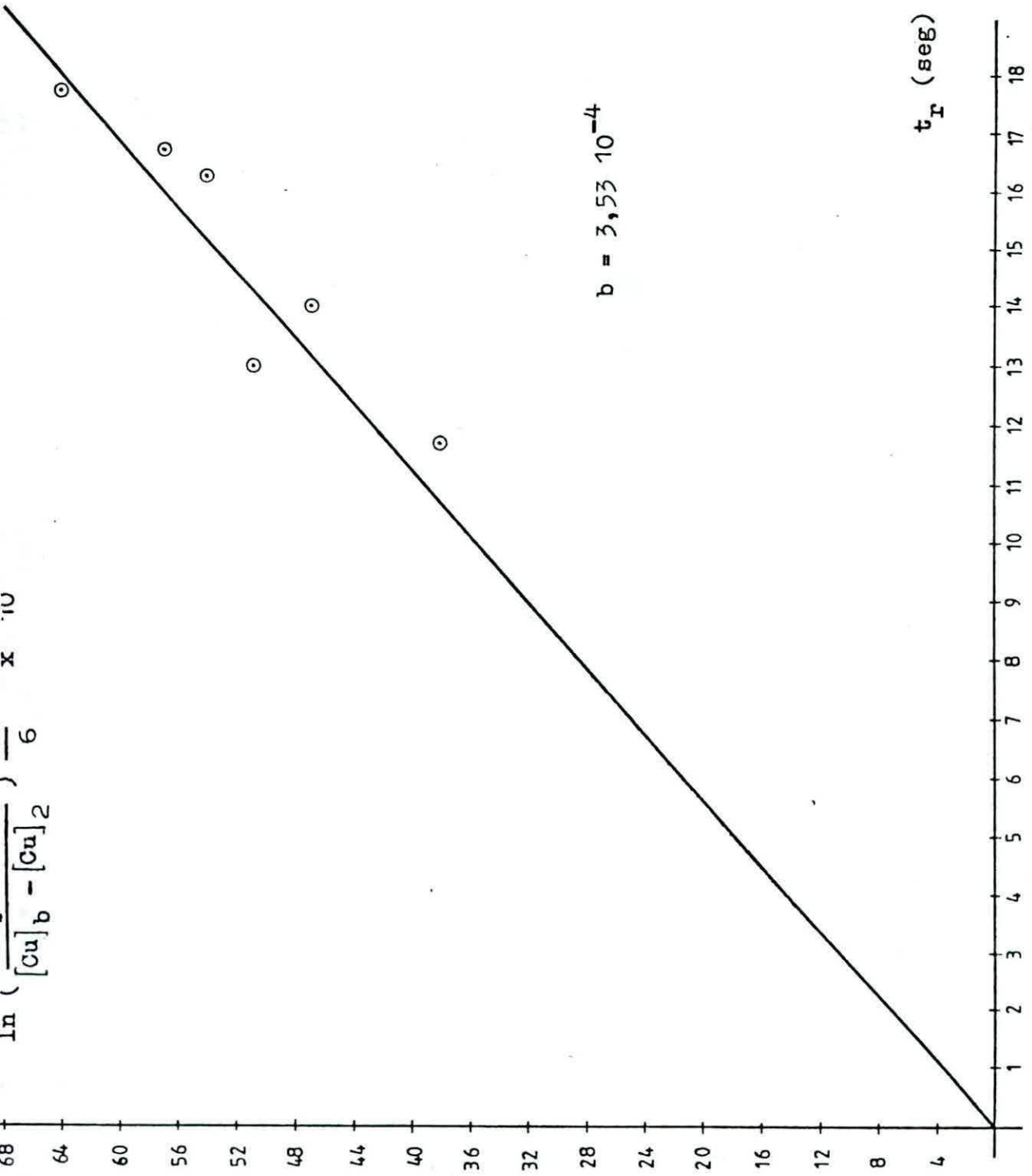


Gráfico 15 : Datos experimentales ajustados de acuerdo a la ecuación 33, correspondientes a la experiencia 7.

$$\ln \left(\frac{[Cu]_b - [Cu]_1}{[Cu]_b - [Cu]_2} \right) \frac{d_g}{6} \times 10^{-4}$$

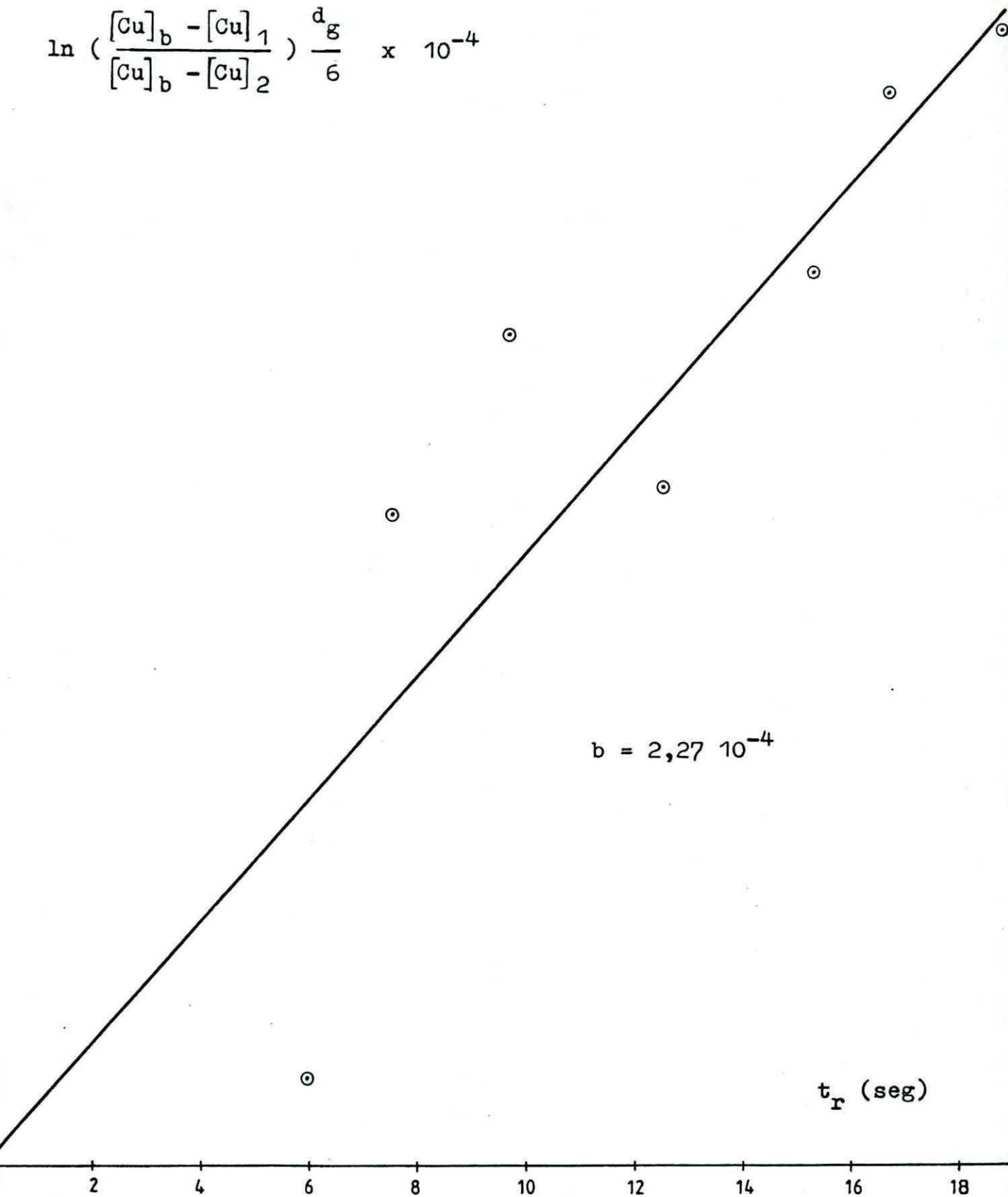


Gráfico 16 : Datos experimentales ajustados de acuerdo a la ecuación 33, correspondientes a la experiencia 8.

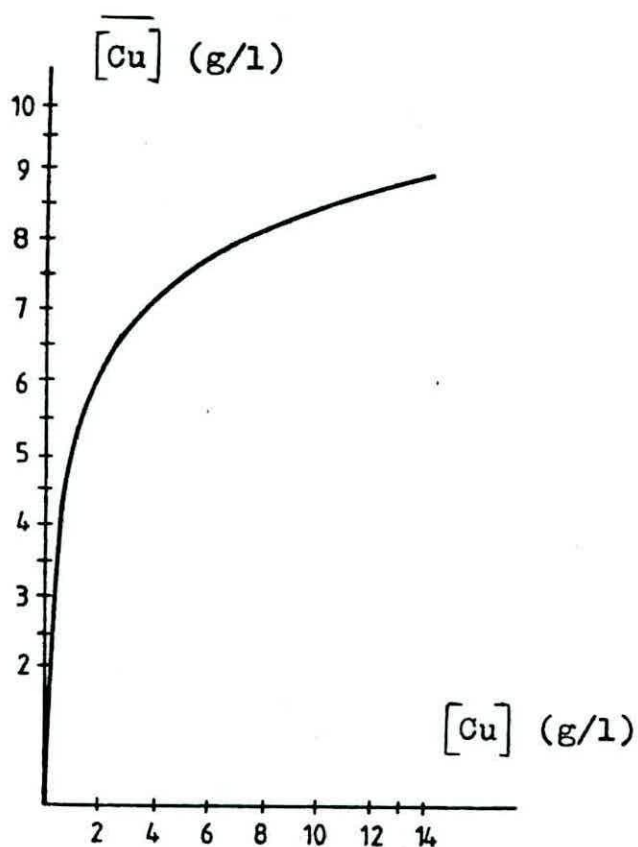
APENDICE CCURVA DE EQUILIBRIO SISTEMA COBRE - ACORGA P-5100

Figura 6 : Curva de Equilibrio Sistema Cobre-Acorga P-5100 en Esacaid 100. (pH = 2).
(Ref. 2)

Para el rango empleado (2 a 12 (gr/l)),
se ajusta la siguiente correlación :

$$\overline{[Cu]} = K + K_1 [Cu] + K_2 [Cu]^2 + K_3 [Cu]^3 \quad (38)$$

Donde:

$$K = 4,43939$$

$$K_1 = 0,937686$$

$$K_2 = - 7,80306 \cdot 10^{-2}$$

$$K_3 = 2,46699 \cdot 10^{-3}$$

APENDICE DPROPIEDADES FISICAS

Las propiedades físicas de las fases presentadas a continuación se extraen del Apéndice B de la referencia 1, exceptuando el valor de la difusividad del complejo de cobre, que se varía en el rango 10^{-7} a 10^{-5} (cm^2/seg).

1. Densidada) Densidad del acuoso

$$\text{pH} = 1,25$$

$$[\text{Cu}] = 12 \text{ (g/l)}$$

$$T = 25 \text{ (}^\circ\text{C)}$$

$$\text{Densidad} = 1,0272 \text{ (g/cm}^3\text{)}$$

b) Densidad del orgánico

$$T = 25 \text{ (}^\circ\text{C)}$$

$$\text{Densidad} = 0,8474 \text{ (g/cm}^3\text{)}$$



2. Viscosidad

a) Viscosidad del Acuoso

$$\begin{aligned} \text{pH} &= 1,25 \\ [\text{Cu}] &= 12 \text{ (g/l)} \\ T &= 25 \text{ (}^\circ\text{C)} \end{aligned}$$

$$\text{Viscosidad} = 0,9825 \text{ (cp)}$$

b) Viscosidad del Orgánico

$$T = 25 \text{ (}^\circ\text{C)}$$

$$\text{Viscosidad} = 3,1788 \text{ (cp)}$$

3. Difusividades

a) Difusividad del Ión Cúprico

$$D_{\text{Cu}^{+2}} = 8 \cdot 10^{-6} \text{ (cm}^2\text{/seg)}$$

b) Difusividad del Complejo de Cobre

$$D_{\text{CuR}_2} = 10^{-7} \text{ a } 10^{-5} \text{ (cm}^2\text{/seg)}$$

4. Tensión Superficial

$$\gamma = 16,8 \text{ (dina/cm)}$$

APENDICE EEMPLEO DE LA ECUACION EXPERIMENTAL(Ejemplo de Cálculo)

Para la determinación de los coeficientes de transferencia de masa experimentales se emplea la ecuación 32, la cual adquiere la siguiente forma :

$$\ln \left(\frac{[\text{Cu}]_b - a}{[\text{Cu}]_b - [\text{Cu}]_2} \right) = K \frac{6}{d_g} t_r \quad (39)$$

En donde a es la constante determinada en la sección 3.1.1, la cual depende de las condiciones de trabajo, y $[\text{Cu}]_b$ es la concentración de cobre en la fase continua (12 (g/l) para gota ascendente y 0 (g/l) para gota descendente) . $[\text{Cu}]_2$ es la concentración de cobre en la gota alcanzada en la columna en el tiempo de residencia correspondiente.

Los puntos a ajustar tienen las siguientes coordenadas dependiendo de las condiciones de trabajo y el sentido de las gotas :

Coordenada X : t_r

Coordenada Y : $\frac{d_g}{6} \ln \left(\frac{[\text{Cu}]_b - a}{[\text{Cu}]_b - [\text{Cu}]_2} \right)$

Las rectas obtenidas se presentan en el apéndice B.

APENDICE FEMPLEO DE LAS ECUACIONES EMPIRICAS(Ejemplo de Cálculo)1. Cálculo de la Velocidad Terminal de las Gotas

Para este cálculo se emplea la figura 7 y, por lo tanto, es necesario obtener el valor de los siguientes números adimensionales :

$$N_{EO} = \frac{g \, d_g^2 \, \Delta P}{\sqrt{\quad}} \quad (40)$$

$$N_M = \frac{g \, u_c^4 \, \Delta P}{\rho_c^2 \, \sqrt{\quad}} \quad (41)$$

$$N_{Re} = \frac{v \, d_g \, \rho_c}{u_c} \quad (42)$$

En el caso de gota ascendente se emplea los siguientes valores para las propiedades físicas :

$$\begin{aligned} g &= 980 \text{ (cm/seg}^2\text{)} \\ \rho_c &= 1,0272 \text{ (g/cm}^3\text{)} \\ \rho_d &= 0,8474 \text{ (g/cm}^3\text{)} \end{aligned}$$

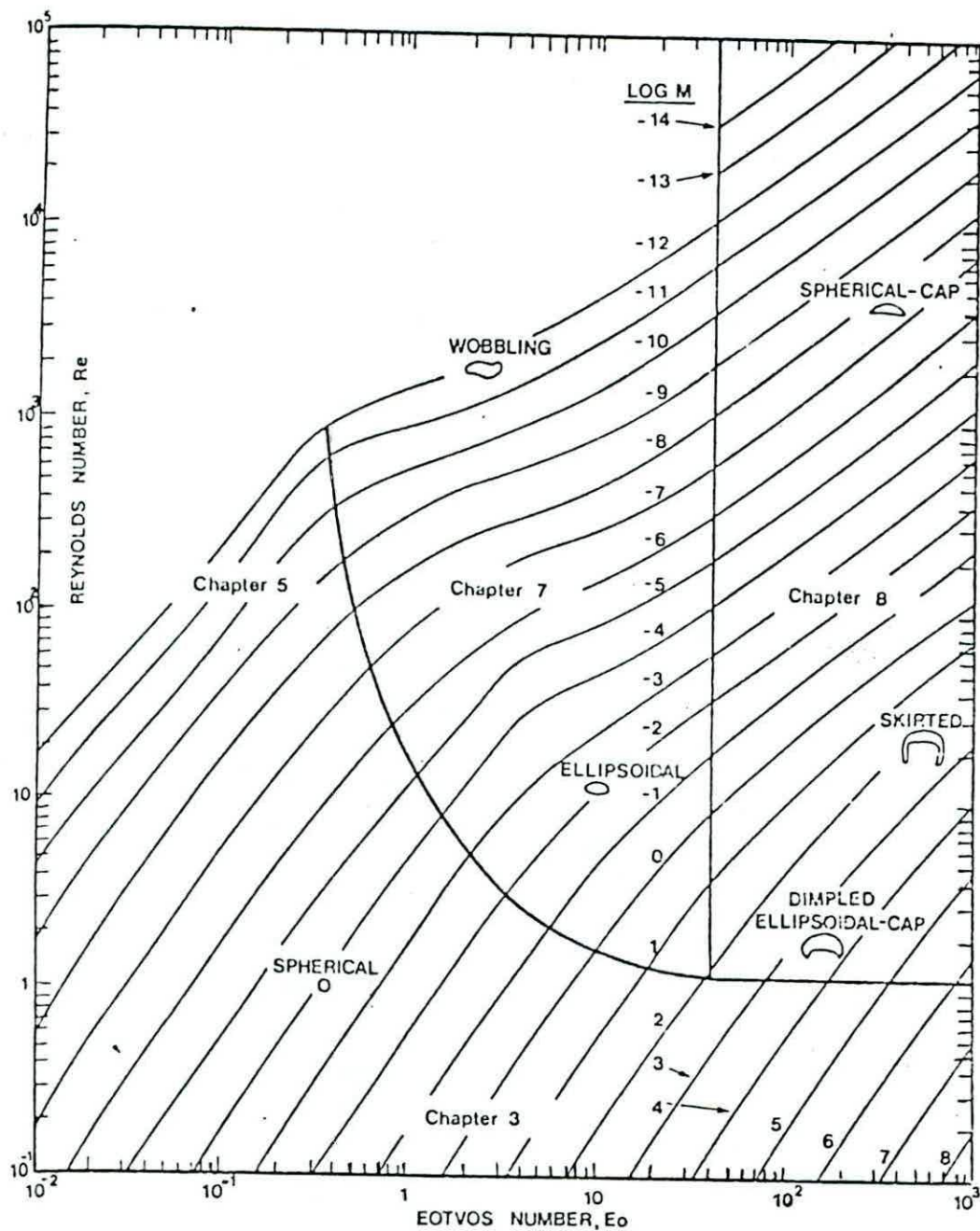


Figura 7 : Regímenes Geométricos para gotas sometidas a la acción de un Campo Gravitatorio.
(Ref. 1)

$$u_c = 0,9825 \text{ (g/cm seg)}$$

$$\sqrt{\quad} = 16,8 \text{ (dina/cm)}$$

Para el caso de gota descendente se utiliza los siguientes datos de propiedades físicas :

$$\rho_c = 0,8474 \text{ (g/cm}^3\text{)}$$

$$\rho_d = 1,0722 \text{ (g/cm}^3\text{)}$$

$$u_c = 3,1788 \cdot 10^{-2} \text{ (g/cm seg)}$$

$$\sqrt{\quad} = 16,8 \text{ (dina/cm)}$$

Evaluando para los diferentes diámetros de gota se obtiene los resultados presentados en la tabla 10.

Tabla 10

Velocidad Terminal

en Función del Diámetro de Gota

a) Para Gota Ascendente

d_g (cm)	N_{EO}	N_M	$\text{Log } N_M$	N_{Re}	v (cm/seg)
0,38	1,51	$3,3 \cdot 10^{-10}$	- 9,5	600	15,1
0,28	0,82	$2,9 \cdot 10^{-10}$	- 9,5	400	13,7

b) Para Gota Descendente

d_g (cm)	N_{EO}	N_M	$\log N_M$	N_{Re}	v (cm/seg)
0,38	1,51	$5,3 \cdot 10^{-8}$	-7,3	150	14,8
0,28	0,82	$5,3 \cdot 10^{-8}$	-7,3	85	11,4

2. Correlación Empírica para la Fase Continua

Simplificando la ecuación 27 se obtiene la siguiente expresión equivalente :

$$k_c = 0,60 \left(\frac{D_c v^{0,5}}{d_g} \right) \quad (43)$$

Se evalúa esta ecuación para el componente correspondiente (Cu^{+2} ó CuR_2) de acuerdo al sentido de las gotas, obteniéndose los resultados presentados en la tabla 6.

3. Correlación Empírica para la Fase Dispersa

Para este caso se emplea la ecuación 10, la cual adquiere la siguiente forma al simplificar términos:

$$k_d = 6,881 \frac{D_d^{0,785} d_g^{0,051} v^{0,742} \rho_c^{0,371} \rho_d^{0,125}}{u_c^{0,125} t_r^{0,34}} \quad (44)$$

De modo de obtener un valor único del coeficiente de transferencia de masa para la fase dispersa, se define un coeficiente promedio, independiente del tiempo de contacto, como se muestra a continuación :

$$k_d = k_d^0 \int_{t_1}^{t_2} \frac{t^{-0,34} dt}{(t_2 - t_1)} = k_d^0 \frac{t^{0,66} \Big|_{t_1}^{t_2}}{0,66 (t_2 - t_1)} \quad (45)$$

En donde k_d^0 agrupa todas las propiedades físicas, geométricas y dinámicas de las fases. t_2 y t_1 son los tiempos máximos y mínimos medidos en cada set de puntos experimentales.

Los resultados de esta integración y el valor promedio para cada diámetro de gota se presentan en la tabla 11.

Se evalúa la ecuación anterior para el componente correspondiente, de acuerdo al sentido de las gotas, obteniéndose los resultados presentados en la tabla 5.

Tabla 11Integración del Tiempo de Residencia

Experiencia	d_g (cm)	t_2 (seg)	t_1 (seg)	Integración	Promedio
1	0,38	6,9	1,0	0,66	0,67
2		7,6	0,5	0,68	
3	0,28	13,9	2,0	0,52	0,54
4		15,2	0,5	0,56	
5	0,38	14,0	1,6	0,53	0,53
6		13,4	1,6	0,54	
7	0,28	18,9	11,7	0,40	0,42
8		18,9	6,0	0,43	

4. Cálculo de la Pendiente m'_x

Del balance de masa se tiene :

$$N = K_x (c_{x,b} - c_{x,e}) = K_y (c_{y,e} - c_{y,b}) \quad (46)$$

por lo que,

$$\frac{K_x}{K_y} = \frac{(c_{y,e} - c_{y,b})}{(c_{x,b} - c_{x,e})} \quad (47)$$

Tomando como valores :

a) Gota Ascendente:

$$c_{y,e} = 8,7 \text{ (gr/l) (obtenido de la figura 6, en equilibrio con } c_{x,b} \text{)}$$

$$c_{y,b} = 0,75 \text{ (gr/l) (valor promedio para los puntos ensayados)}$$

$$c_{x,b} = 12,0 \text{ (gr/l)}$$

$$c_{x,e} = 0,2 \text{ (gr/l) (de la figura 6, en equilibrio con } c_{y,b} \text{)}$$

Resulta :

$$\frac{K_x}{K_y} = 0,69$$

Conocido el punto (12,0 ; 0) se determina el intercepto en la curva de equilibrio :

$$[\text{Cu}] = 6,5 \text{ (gr/l)}$$

$$[\text{Cu}] = 2,5 \text{ (gr/l)}$$

Se obtiene la pendiente m'_x evaluando la derivada de la ecuación 38 en el punto (6,5;2,5), resultando :

$$m'_x = 0,6$$

b) Gota Descendente

Se procede de la misma forma que en el caso anterior, obteniéndose :

$$m'_x = 0,5$$

APENDICE GPREPARACION DE SOLUCIONES1. Soluciones Utilizadas en las Experiencias1.1. Solución de Sulfato de Cobre de 12 (g/l)

Se trabaja con sulfato de cobre pentahidratado y ácido sulfúrico concentrado de densidad 1,84 (g/cm^3); ambos reactivos de pureza analítica.

Para preparar una solución de 12 (g/l) de cobre y 1,4 (g/l) de ácido sulfúrico, se pesa 47,15 (g) de sulfato de cobre, se adiciona 0,76 (ml) de ácido sulfúrico y se enrasa a 1 (l) en matraz aforado.

1.2. Solución Extractante al 26 % en peso de Acorga P-5100

Se trabaja con Acorga P-5100 como reactivo extractante y Escaid 100 como solvente soporte.

Para obtener una solución al 26 % en peso, se mezclan 275 (cm^3) de Acorga P-5100 y 913 (cm^3) de Escaid 100.

2. Soluciones para Análisis de Muestras

2.1. Solución Acida de Despojo

Se utiliza para extraer el cobre de las muestras orgánicas. Se prepara al 15 % en volumen de ácido sulfúrico concentrado.

2.2. Solución de Tiosulfato de Sodio 0,15 N

Se emplea en la valoración de muestras acuosas. Se prepara pesando 38 (g) de tiosulfato de sodio y aforando a 1 (l) con agua destilada hervida.

2.3. Soluciones de Amoníaco y Acido Acético al 25 % en Volumen

Se utilizan en el análisis de muestras acuosas. Se preparan realizando la dilución correspondiente con agua destilada.

2.4. Solución de Bicarbonato de Sodio 0,05 N

Se emplea para determinar el pH de las muestras acuosas de cobre. Se prepara pesando 2,65 (g) de bicarbonato de sodio y diluyendo a 1 (l) en matraz aforado.

APENDICE HANALISIS DE MUESTRAS1. Análisis de Muestras Orgánicas

Este método de análisis se realiza con un 1 % de error. Para el rango de concentraciones de cobre obtenido en las experiencias (10^{-1} (g/l)) se lleva a cabo el siguiente procedimiento de análisis :

- Se vierte cuantitativamente una alícuota de muestra (5-25 (cm³)) en un embudo de decantación;
- Se agrega aproximadamente 8 (cm³) de solución ácida de despojo;
- Se agita el embudo de decantación durante 2 minutos;
- Se deja decantar las fases;
- Se evacúa cuantitativamente la fase acuosa a un matraz aforado de 50 (cm³);
- Se agrega agua destilada al embudo de decantación;
- Se permite la salida de una pequeña porción de la fase acuosa hacia el matraz, de modo de arrastrar el cobre remanente en el vástago del embudo;
- Se agita el embudo durante 1 minuto;
- Se deja separar las fases;
- Se vierte la fase acuosa al matraz aforado;
- Se repite el procedimiento hasta el punto anterior;
- Se enrasa el matraz con agua destilada;
- Se toma una alícuota de 1 (cm³) de solución obtenida

anteriormente y se vierte cuantitativamente a un matraz aforado de 10 (cm³);

- Se agrega 1 (cm³) de ácido clorhídrico concentrado;
- Se enrasa el matraz con acetona;
- Se deja reposar durante 15 (min);
- Se mide la transmitancia de la muestra en un colorímetro a una longitud de onda de 400 (nm). Se usa acetona como blanco.

La concentración de la muestra se obtiene interpolando en la curva de calibración previamente realizada.

2. Análisis de Muestras Acuosas

Este método se realiza con un error de un 1 %. El procedimiento de análisis se detalla a continuación :

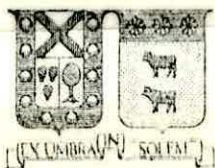
- Se vierte cuantitativamente a un matraz Erlenmeyer una alícuota de 10 (cm³) de muestra;
- Se agrega solución de amoníaco al 25 % en volumen hasta lograr un color azul;
- Se deja reposar durante 10 (min) para estabilizar el complejo;
- Se agrega ácido acético al 25 % en volumen hasta lograr un color celeste claro;
- Se adiciona una espátula rasa de ioduro de potasio, lográndose un color verde;
- Dejar reposar;
- Se valora la solución con tiosulfato 0,15 N hasta alcan-

zar un tono lechoso;

- Agregar almidón. La solución toma un color morado - negro;
- Se continúa valorando hasta alcanzar un color blanco;
- Se agrega una espátula rasa de tiocianato lográndose un color morado;
- Se continúa valorando hasta que la solución nuevamente se aclare.

3. Determinación del pH

Se realiza mediante titulación ácido-base con solución de bicarbonato de sodio 0,05 N, usando fenolftaleína como indicador.



UNIVERSIDAD TECNICA FEDERICO SANTA MARIA

INFORME DE LA COMISION CALIFICADORA

La Comisión considera que la memoria presentada por la señora MARIA SOLEDAD POPPER OPAZO cumple con los requisitos para optar al título de Ingeniero de Ejecución Químico Mención Operaciones.

Las principales observaciones al trabajo son:

1. Se debe destacar la calidad del trabajo experimental desarrollado.
2. En el análisis de la importancia relativa de cada uno de los fenómenos que se producen en la transferencia de cobre, desde una fase a la otra, se determina la importancia de la "resistencia" cinética calculando la diferencia entre la resistencia medida y la resistencia calculada con correlaciones empíricas. No se indica destacadamente que la suposición que se ha hecho para el cálculo es que las correlaciones empíricas predicen correctamente los coeficientes de transferencia de masa (lo que es muy difícil).
3. No se indica que es factible que en el caso de la gota descendente, la generación de H^+ altere la supuesta condición de equilibrio.


PATRICIO NUÑEZ M.


GERARDO RIQUELME D.

Valparaíso, 10 de Junio de 1986.
/msgt.