

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA JUAN MISAEL SARACHO
FACULTAD DE CIENCIAS Y TECNOLOGÍA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA



**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN REACTOR
EXPERIMENTAL TIPO FILTRO PRENSA PARA OBTENCIÓN
ELECTROLÍTICO DE ZINC A PARTIR DE SULFURO
POLIMETÁLICO (BLENDA)**

Por:

EDWIN LOPEZ MOYA

Modalidad de graduación: “Investigación Aplicada” presentado a consideración de la “UNIVERSIDAD AUTÓNOMA JUAN MISAEL SARACHO”, como requisito para optar el grado académico de Licenciatura en Ingeniería Química.

Septiembre de 2018

Tarija-Bolivia

V°B°

M.Sc. Ing. Ernesto Álvarez Gozávez
DECANO FAC. CS. Y TECN.

Lic. Elizabeth Castro Figueroa
VICEDECANA FAC. CS. Y TECN.

APROBADO POR:

TRIBUNAL:

M.Sc. Ing. Ignacio E. Velásquez Soza

M.Sc. Ing. René E. Michél Cortés

Ing. Alberto Sossa Morales

El tribunal calificador del presente trabajo, no se solidariza con la forma, términos, modos y expresiones vertidas en el mismo, siendo éstas responsabilidad del autor.

A mis abuelos Luís Moya (†) y Pedro Lopez (†) ex mineros, quienes me transmitieron y enseñaron, a enfrentar los obstáculos de la vida; con constante esfuerzo y sabiduría.

A mis padres terrenales Bernardino Lopez Isla y Victoria Moya Santos por su apoyo constante, su gran amor y paciencia, ya que sin ellos sería un galeón sin timón, en este maravilloso mundo.

*...voluntad digno, esfuerzo propio
hacen dueño de ti mismo, un
hombre avaluado; con preciado
conocimiento y sabiduría...*

NDICE

	Página
Advertencia	i
Dedicatoria	ii
Agradecimiento	iii
Pensamiento	iv
Resumen	v

INTRODUCCIÓN

Antecedentes	1
Justificación.....	3
Objetivos	7
Objetivo General	7
Objetivos específicos	7

CAPÍTULO I

MARCO TEÓRICO

1. Consideraciones teóricas.....	8
1.1 Fundamentos de electroquímica	8
1.2. Termodinámica de los procesos electroquímicos	9
1.2.1. Potencial y corriente.....	9
1.2.2. Electrodo y celda en equilibrio.....	10
1.3 Leyes de Faraday.....	12
1.4 Cinética de los procesos electroquímicos	13
1.5 Mecanismos de transporte.....	15
1.5.1 Control por transferencia de masa.....	15
1.5.2 Control por transferencia de carga	17
1.6 Tecnología de los Reactores Electroquímicos	18
1.6.1 Reactores experimentales de macroelectrólisis.....	18
1.6.2 Parámetros operacionales de los reactores electroquímicos	19

1.6.3 Propiedades de los reactores electroquímicos.....	20
1.7 Reactor de flujo pistón	21
1.7.1 Modelo matemático para un reactor de flujo pistón con recirculación	22
1.8 Flujo a través de una sección rectangular	23
1.9 Membranas de intercambio iónico	27
1.10 El zinc.....	29
1.10.1 El proceso electrolítico de obtención de zinc.....	30
1.10.2 Extracción de mineral	32
1.10.3 Molienda	32
1.10.4 Lixiviación atmosférica.....	33
1.10.5 Neutralización	34
1.10.6 Separación sólido - líquido	34
1.10.7 Purificación y concentración de la solución.....	35
1.10.8 Electrólisis.....	35

CAPÍTULO II

PARTE EXPERIMENTAL

2.1 Descripción y caracterización de la materia prima.....	37
2.2 Descripción del método de investigación	38
2.3 Diseño del prototipo experimental.....	41
2.3.1 Preparación de la solución electrolítica	41
2.3.2 Diseño preliminar de la celda.....	46
2.3.2.1 Parámetros característicos de los compartimentos de la celda.....	46
2.3.2.2 Dimensionamiento de la placa distribuidor de flujo.....	47
2.3.4 Electrodo o material catalítico	47
2.4 Materiales utilizados para la construcción del prototipo	48
2.4.1 Material de los compartimentos y el distribuidor de flujo.....	48
2.4.2 Material de electrodos.....	49
2.4.3 Material de membrana	50
2.5 Instalación eléctrica.....	51

2.6 Diseño factorial del experimento.....	53
2.6.1 Factores en estudio.....	53

CAPÍTULO III

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Resultados obtenidos.....	55
3.2 Análisis del funcionamiento del reactor.....	57
3.3 Análisis de las principales variables que influyen en el reactor	61
3.4 Calidad del producto obtenido del reactor experimental	64
3.4 Análisis estadístico del diseño factorial	65
3.4.1 Análisis de la varianza	65
3.4.2 Análisis de regresión	68
3.5 Diseño definitivo del reactor.....	70
3.5.1 Cálculo de las dimensiones internas de los compartimentos de la celda	71
3.5.2 Cálculo de los parámetros geométricos característicos	72
3.5.3 Cálculo de dimensiones de la placa distribuidor de flujo.....	73
3.6 Especificaciones técnicas del reactor experimental	77

CAPÍTULO IV

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 Conclusiones	83
4.2 Recomendaciones.....	84
Referencias bibliográficas.....	85

ÍNDICE DE TABLAS

	Página
Tabla I-1 Potenciales de electrodo estándar.....	11
Tabla I-2 Coeficientes de difusión de electrolitos a diferentes concentraciones....	16
Tabla I-3 Densidades de corriente de intercambio	17

Tabla I-4 Clasificación de los reactores electroquímicos.....	20
Tabla I-5 Reactores electroquímicos según modo de operación	21
Tabla I-6 Grupos adimensionales utilizados en transporte de materia.....	25
Tabla I-7 Correlaciones de números adimensionales	25
Tabla I-8 Coeficiente de descarga para platos perforados y boquillas	27
Tabla I-9 Fuerza impulsora de transporte a través de membranas	28
Tabla I-10 Tamaños típicos de menas para lixiviación	32
Tabla I-11 Métodos de lixiviación	33
Tabla I-12 Impurezas en la disolución de lixiviación del zinc.....	35
Tabla II-1 Descripción y características físicas de Sulfuro Polimetálico	38
Tabla II-2 Cuantificación Química del Sulfuro Polimetálico (Blenda)	38
Tabla II-3 Condiciones para la preparación de la solución electrolítica.....	41
Tabla II-4 Características fisicoquímicas de la solución electrolítica.....	45
Tabla II-5 Datos preliminares de diseño de la celda.....	46
Tabla II-6 Dimensiones internas de los compartimentos de la celda	46
Tabla II-7 Parámetros geométricos de los compartimentos de la celda.....	47
Tabla II-8 Dimensionamiento del distribuidor de flujo de la celda.....	47
Tabla II-9 Propiedades fisicoquímicas de Politetrafluoroetileno	49
Tabla II-10 Características fisicoquímicas del electrodo de trabajo.....	49
Tabla II-11 Características fisicoquímicas del contra electrodo.....	50
Tabla II-12 Características de la membrana de intercambio catiónico	50
Tabla II-13 Factores de diseño en estudio	53
Tabla II-14 Matriz de diseño con unidades codificadas de los factores en estudio ...	53
Tabla II-15 Diseño factorial 2^3 con niveles operativos de los factores y su réplica...54	54
Tabla III-1 Resultados obtenidos de cada combinación y su respectiva réplica	56
Tabla III-2 Resultados obtenidos de la aplicación del reactor experimental que representa mayor eficiencia.....	58
Tabla III-3 Coeficiente de transferencia de masa	61
Tabla III-4 Resultado del análisis del zinc electrolítico obtenido.....	64
Tabla III-5 Datos con unidades codificadas de los factores de entrada y el valor	

de variable respuesta para el análisis de varianza	65
Tabla III-6 Factores inter-sujetos.....	66
Tabla III-7 Análisis de varianza (ANOVA).....	66
Tabla III-8 Variables introducidas para el análisis de regresión	68
Tabla III-9 Resumen del modelo de análisis de regresión	68
Tabla III-10 Análisis de varianza para el análisis de regresión	69
Tabla III-11 Coeficientes del modelo matemático.....	69
Tabla III-12 Datos experimentales para el diseño definitivo.....	70
Tabla III-13 Dimensiones internos de los compartimentos de la celda para diseño final	71
Tabla III-14 Parámetros geométricos de los compartimentos de la celda para diseño final.....	73
Tabla III-15 Dimensionamiento del distribuidor de flujo de la celda para diseño final	74
Tabla III-16 Especificaciones del reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc	77
Tabla III-17 Análisis económico del proyecto	79

ÍNDICE DE FIGURAS

	Página
Figura 1-1 Sobrepotencial de evolución de hidrógeno en diferentes materiales catódicos.....	14
Figura 1-2 Escala de la tecnología electroquímica	18
Figura 1-3 Proceso electroquímico con recirculación	22
Figura 1-4 Flujo a través de una sección rectangular	23
Figura 1-5 Caída de presión para flujo canal.....	24
Figura 1-6 Membrana de intercambio iónico	29
Figura 1-7 Diagrama de flujo del proceso electrolítico de obtención de zinc	31
Figura 2-1 Ubicación geográfica del yacimiento de sulfuro polimetálico	37
Figura 2-2 Descripción de Sulfuro Polimetálico (Blenda)	37

Figura 2-3 Diagrama Flujo de Proceso (DFP) del sistema experimental.....	39
Figura 2-4 Diagrama de flujo que muestra la secuencia para determinar variables respuesta.....	40
Figura 2-5 Reactor INFORS para la disolución del metal de interés.....	42
Figura 2-6 Diagrama de predominancia Eh - pH del sistema Zn - H ₂ O.....	43
Figura 2-7 Diagrama de predominancia Eh - pH del sistema Fe - H ₂ O	43
Figura 2-8 Diagrama de bloques preparación de la disolución electrolítica	44
Figura 2-9 Disolución electrolítico obtenido	45
Figura 2-10 Compartimentos de la celda concluida	51
Figura 2-11 Conexión eléctrica del sistema experimental.....	52
Figura 2-12 Montaje del sistema experimental	52
Figura 3-1 Morfología depósitos obtenidos de los ensayos	55
Figura 3-2 Funcionamiento del reactor experimental.....	57
Figura 3-3 Diagrama de contorno, perfil de concentración en función del potencial medido y el tiempo	59
Figura 3-4 Comparación de los perfiles de concentración	60
Figura 3-5 Flujo hidrodinámico a través de una sección rectangular	61
Figura 3-6 Coeficiente de transferencia de masa.....	62
Figura 3-7 Densidad de corriente en función del sobre potencial catódico.....	63
Figura 3-8 Zinc electrolítico obtenido	64
Figura 3-9 Gráfico normal de efecto estándar para Eficiencia de corriente	67
Figura 3-10 Despiece del reactor experimental tipo filtro prensa de obtención electrolítico de zinc	78

ÍNDICE DE ANEXOS

	Página
Anexo 1 Proceso hidrometalúrgico para preparación de disolución electrolítica ..	87
Anexo 2 Parámetros fisicoquímicos de electrolito base y de electrolito soporte ...	94
Anexo 3 Construcción de los compartimentos de la celda electrolítico.....	95
Anexo 4 Funcionamiento del reactor experimental de obtención electrolítico de	

NOMENCLATURA, ABREVIATURAS Y SIMBOLOGÍA UTILIZADA**Símbolos Latinos.**

A	Área del electrodo [cm^2]
A_e	Área específica del electrodo [cm^2]
A_{td}	Área total de distribuidor [cm^2]
a_i	Diámetro efectivo del ion [Å]
a	Ancho del compartimento [cm]
B	Base del compartimento [cm]
CLIVAJE	Manera a dividirse cuando se aplica una fuerza sobre mineral.
c_0	Concentración inicial [g/l]
c_t	Concentración a un intervalo de tiempo [g/l]
$c_{SO_4^{2-}}$	Concentración de sulfato [g/l]
$c_{Zn^{2+}}$	Concentración de zinc [g/l]
D_i	Coefficiente de difusión de la especie [cm^2/s]
d_{or}	Diámetro de orificio [cm]
E^0	Potencial estándar [V]
E_e	Potencial de equilibrio o reversible [V]
E_m	Potencial medido [V]
F	Constante de Faraday, [96487 C/mol]
HÁBITO	Forma o figura que el mineral adopta durante su formación.
I	Corriente faradéica [mA]
I_m	Corriente medido [mA]
i	Densidad de corriente [mA/cm^2]
k_n	Coefficiente de transferencia de masa [cm/s]
L	Longitud del electrodo [cm]
m	Masa faradéica [g]
m_r	Masa real [g]
m_t	Masa teórico [g]

N_{or}	Número de orificios
N_{for}	Número de fila de orificio
P_W	Eficiencia energética de la celda
Q	Flujo volumétrico [cm^3/s]
RAYA	Finísimas partículas que muestran el color del mineral.
R	Resistencia eléctrica [Ω]
R	Constante Universal de los gases 8.31434 [J /mol K]
T	Temperatura absoluta [K]
t	Tiempo [s]
u	Movilidad iónica de la especie [cm/s]
V_n	Potencial medido [V]
V	Volumen en el reactor [cm^3]
V_r	Volumen en el tanque receptor [cm^3]
v_f	Velocidad del fluido [cm/s]
v_{for}	Velocidad del fluido en orificios [cm/s]
W	Consumo energético [W]

Símbolos Griegos.

α	Actividad [mol/l]
β	Coefficiente de transferencia de carga
Φ_{metal}	Potencial del metal [V]
γ	Factor de corrección geométrico
ΔP	Caída de presión en flujo canal [bar]
ΔP_d	Caída de presión en el distribuidor [bar]
γ_i	Coefficiente de actividad
η	Sobre potencial [V]
η_i	Eficiencia de corriente
μ	Viscosidad [g/cm s]
ρ_f	Densidad del fluido [g/cm^3]
C_{or}	Coefficiente de descarga
τ	Tiempo de residencia en el reactor [s]
τ_r	Tiempo de residencia en el tanque receptor [s]

RESUMEN

La obtención de zinc metálico es un proceso muy importante en la industria minera, que demanda nuevas alternativas de investigación y aplicación de nuevas tecnologías, como un novedoso reactor; un elemento importante y característico en cualquier proceso químico, donde se efectúan cambios físicos y químicos.

Sin embargo, para el diseño de los reactores electroquímicos, los requerimientos no son iguales como para los reactores convencionales.

El conocimiento minucioso de datos fisicoquímicos, parámetros eléctricos y en particular la información de las velocidades de conversión de los reactivos y/o productos que interaccionan con la corriente eléctrica son características propias, para el desempeño eficiente de un reactor electroquímico.

La disolución electroquímica, factor importante para el procedimiento del diseño se prepara a partir de sulfuro polimetálico Blenda (ZnS), con una ley de 49,88 % de zinc procedente de la Provincia Modesto Omiste del departamento de Potosí; la concentración de zinc disuelto en la disolución electrolítica alcanza tenores altos de zinc, con una conductividad de $168,7\mu\text{S}/\text{cm}$ y grado de acidez de 0,47 pH.

Con la finalidad de obtener condiciones óptimas de operación y los mejores parámetros de diseño, se construye un prototipo en base a la escala tecnológica de los reactores electroquímicos; de tres compartimentos, un importante compartimento central que aloja al electrodo de trabajo con un volumen de 60 cm^3 , los compartimentos que alojan el contra electrodo presentan las mismas dimensiones.

El funcionamiento del reactor experimental tipo filtro prensa de obtención electrolítico de zinc, es operado en modo continuo con recirculación en un determinado periodo y el flujo de alimentación es el mismo en cada uno de los compartimentos que ingresa a través de un distribuidor de flujo específico y dimensionado según parámetros hidrodinámicos.

El potencial eléctrico aplicado se monitorea con un potencióstato y los mejores

parámetros de operación que son importantes para el diseño definitivo, son analizados de carácter estadístico con un intervalo de confianza del 95% de todas las variables solicitadas introducidas.

Según el análisis del funcionamiento del reactor donde intervienen los valores más significativos que representa los parámetros de diseño definitivo se obtiene una cantidad considerable de zinc electrolítico que alcanza el 65% de eficiencia de corriente con una pureza del 99,53%.

INTRODUCCIÓN

Antecedentes.

Actualmente la obtención de zinc metálico a partir de sulfuro polimetálico se lleva a cabo por procesos convencionales, tales como el proceso electrotérmico, la cementación u otros métodos.

En Bolivia no se emplea el sistema electrolítico para la obtención de zinc, la crisis económica que atravesó el país y la posterior promulgación del D.S. 21060 del año 1986 que llevó al cierre de industrias mineras, cuyo efecto se tradujo en la conversión de más cooperativas mineras que derivó en un trabajo y explotación tradicional de extracción sólo para el sustento. De tal manera que el avance tecnológico en el país resultó frustrado, pero siempre con la consigna de ser un país rico y que nuestros recursos naturales deben tener un valor agregado.

Sin embargo a lo largo del tiempo en países más industrializados, se han desarrollado distintos tipos de celdas o reactores electroquímicos para la obtención electrolítico de zinc, pero la información que se tiene sobre la obtención de zinc en reactores electroquímicos de tipo filtro prensa es muy escaso. Como referencia es significativo tomar en cuenta el trabajo previo en el que se destaca el conocido, en ese entonces, como reactor de electro-ultra filtración patentado en noviembre de 1893 cuya invención perteneciente al señor Paul Lion Hulin¹. Haciendo notar la proporcionalidad que debe respetarse entre la velocidad de filtración del electrolito a través del medio poroso y la intensidad de corriente eléctrica.

Generalmente los reactores electroquímicos de tipo filtro prensa están formados por un paquete de compartimentos, las cuales se integran formando en su conjunto la celda de electrólisis y los electrodos. Dichos compartimentos representan un sistema abierto, provisto de medios para el flujo de la solución electrolítica, alimentados por bombas centrífugas desde sus depósitos y eléctricamente conectado a una fuente de corriente eléctrica.

La condición mecánica que presenta los actuales reactores electroquímicos es la unión de las partes activas de la estructura de los electrodos a los correspondientes

¹ *"Introducción a la ingeniería electroquímica" F. COEURET.*

soportes; efectuándose dicha unión, eléctrica y mecánicamente de forma fija al soporte mediante soldadura a los espaciadores o relieves mecánicos. Estas uniones deben desensamblarse en caso de reactivar o sustituir el electrodo.

Este proceso de desensamblaje para reactivación o sustitución de los electrodos se realiza mediante procesos costosos como el fresado o taladrado.

Debido a los considerables costes asociados a la reactivación o sustitución de los electrodos, resulta interesante que las partes activas de los mismos estén conectados a los soportes mediante uniones desmontables.

Otros trabajos similares en lo que se refiere a reactores electroquímicos de tipo filtro prensa para múltiples aplicaciones es la publicación² de un reactor equipado con electrodo tridimensional de titanio corrugado donde se introduce soluciones de plata en medio de tiosulfato. Estas especies que tienen azufre son reducidas en el cátodo formando químicamente sulfuro de plata en solución con la diferencia que en esta celda no se genera depósito de plata por electro reducción.

No obstante, los diseños de reactores electroquímicos conocidos presentan diversos inconvenientes en lo referente a su adaptabilidad a cualquier tipo de procesos específicos.

A diferencia de los reactores electroquímicos convencionales, el diseño que se propone está orientado en lograr características apropiadas para el desempeño eficiente en lo que respecta a obtener zinc electrolítico, previo a un tratamiento hidrometalúrgico de un mineral polimetálico como es la esfalerita, también conocido como blenda (ZnS). Con una simplicidad en su construcción que todas sus partes se pueden sellar para evitar fugas y que presente versatilidad.

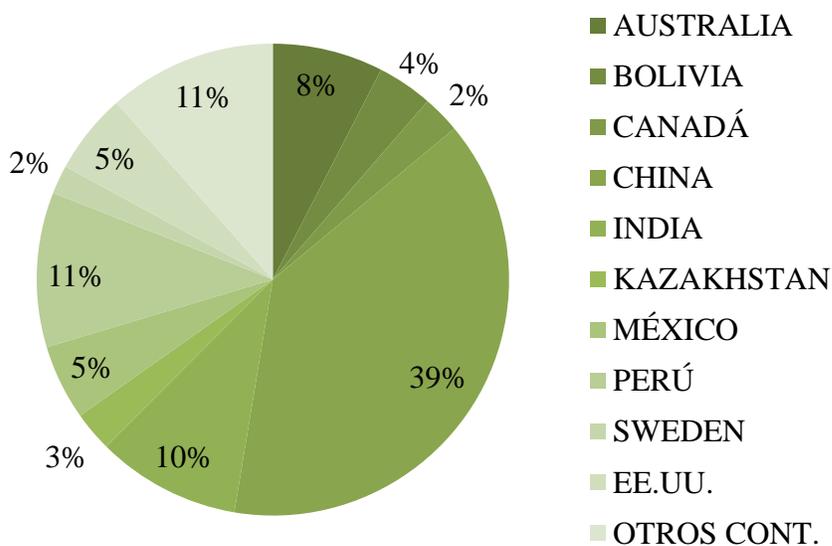
² *Patente Internacional de EE.UU. 5536387 (Hill 1996).*

Justificación.

El desarrollo de un país está directamente relacionado con su capacidad de trabajo, sus industrias, su riqueza natural y potencialmente el conocimiento. La importancia de la industria minera implica estudios alternativos de tecnologías novedosos que acompañe su potencialidad productora, particularmente en el área minera que caracteriza a Bolivia y sus regiones.

La producción de mineral de zinc a nivel mundial llega a más de trece millones de toneladas por año.

Principales países productores de mineral de zinc a nivel mundial.

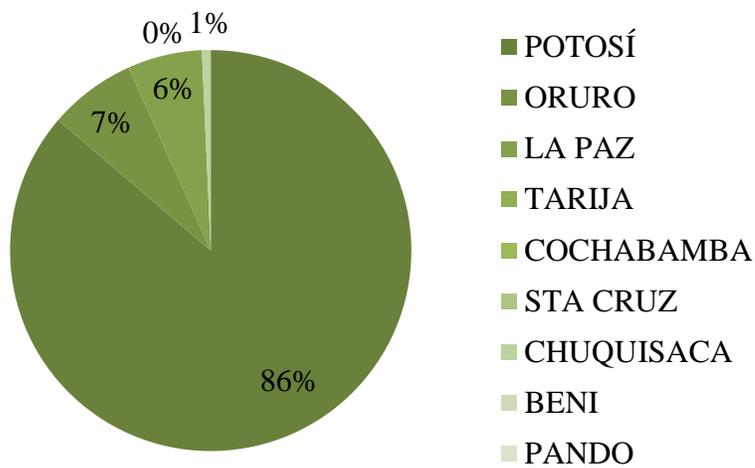


Datos de: USGS, Artículo Comercial de Minerales, 2017.

Bolivia representa alrededor del 4% de la producción mundial de mineral de zinc.

El departamento de Potosí es el principal productor de mineral de zinc con el 86% del total, seguido por Oruro con el 7% y posteriormente La Paz con el 6%.

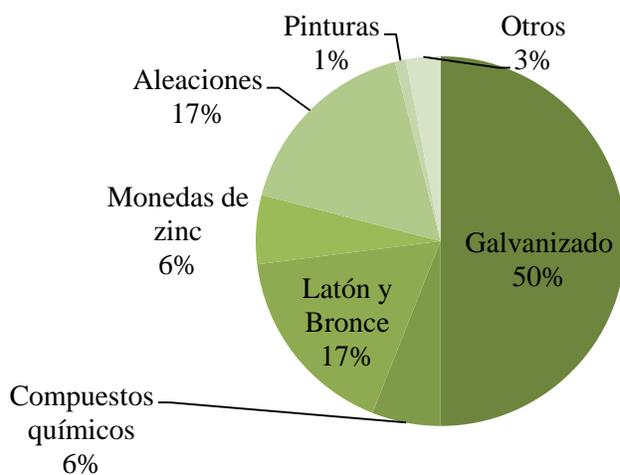
Principales departamentos productores de mineral de zinc en Bolivia.



Fuente: Informes de producción de COMIBOL, Emp. Met. Vinto, Minería Mediana, SENARECOM. Elab. Ministerio de Minería y Metalurgia.2017.

El metal producto de la refinación cumple diferentes usos satisfaciendo múltiples necesidades en la sociedad. De esta forma se fabrica una amplia gama de productos, desde juguetes moldeados hasta componentes para motores.

Fabricación de algunos productos finales.



Fuente: USGS, agencias de estadística oficial.2017.

El sorprendente uso del zinc en los últimos tiempos está dedicado a la batería modificada de celda seca para dispositivos de baja potencia.

De esta manera su impacto puede repercutir en diferentes aspectos.

Impacto social.

Un estudio experimental involucra diferentes aspectos, siendo de importancia común el conocimiento y mediante esto el aporte va centrado al fomento industrial de carácter viable en alcanzar un proceso efectivo en el cómo saber aprovechar la riqueza natural generando satisfacción en la necesidad social. En otras palabras el estudio experimental a escala laboratorio, permite conocer factores que guie de manera precisa para el desarrollo de nuevos emprendimientos con múltiples beneficios y su interacción con la sociedad misma.

Impacto tecnológico.

El proceso electrolítico desarrollado técnicamente desde hace años resulta ser un verdadero impulso para la industria del zinc. Las mayores instalaciones de zinc electrolítico en el mundo llegan a producir entre 300000 y 400000 toneladas³ por año de un zinc de calidad del 99.995 % lo cual se debe al estudio íntegro de su origen al manejo óptimo en cuanto a la operatividad control y a los avances en ingeniería de análisis aplicados a su diseño, ampliación, adaptación y mantenimiento en reactores electroquímicos.

Impacto ambiental.

El mayor problema inminentemente a la humanidad, es el medio ambiente. El peligro de disoluciones metálicas ha sido considerado con mayor intensidad en los últimos tiempos, esto debido a la severidad de las nuevas normas de contaminación de efluentes que están en vigor en países industrializados.

³ *USGS science for a changing world minerals information 2017.*

Pero la contrariedad a esto y con la finalidad de resolver problemas consecuentes, es importante el estudio íntegro de un reactor novedoso, sin despreciar la eficiencia en lo que respecta a procesos químicos, particularmente adecuado y amigable con el medio ambiente.

Impacto económico.

El estudio e investigación de un novedoso reactor experimental de obtención electrolítico de zinc, lleva a conocer las expectativas que puede acontecer en un posterior fomento al emprendimiento a gran escala y de esta forma saber aprovechar la riqueza mineralógica y contribuir económicamente diversificando la oportunidad de industrialización del país y sus regiones.

Justificación personal.

El presente trabajo es de interés e importante de acuerdo a la percepción racional que conlleva al conocimiento previo y minucioso de los factores técnicos inherentes o relacionados a obtener un material con valor agregado a partir de un mineral polimetálico de zinc utilizando tecnologías alternativas como la hidroelectrometalurgia, donde el estudio específico apunta al corazón e importante elemento característico como el reactor electroquímico enfocado a su aplicación y que su aprovechamiento involucre un beneficio satisfactorio.

Objetivos del proyecto.**Objetivo general.**

- Diseñar y construir un reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc a partir de sulfuro polimetálico.

Objetivos específicos.

- Caracterizar la materia prima para el diseño del reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc a partir de sulfuro polimetálico.
- Diseñar y dimensionar el reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc a partir de sulfuro polimetálico.
- Construir el reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc a partir de sulfuro polimetálico.
- Analizar el funcionamiento en base a la evaluación del potencial de trabajo del reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc a partir de sulfuro polimetálico.
- Determinar y analizar las principales variables que influyen en el reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc a partir de sulfuro polimetálico.
- Caracterizar la calidad del producto obtenido del reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc a partir de sulfuro polimetálico.

CAPÍTULO I
MARCO TEÓRICO

1. Consideraciones teóricas.

Este apartado comprende partes importantes para el desarrollo en el cual se sostendrá el trabajo de investigación en base a la bibliografía existente.

Aspectos electroquímicos, reactores electroquímicos y el caso particular de obtención electrolítica de zinc como aplicación directa de dicho estudio.

1.1 Fundamentos de Electroquímica.

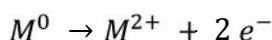
La electroquímica es una rama de la química física en la que se estudia las leyes de interacción y correlación entre los fenómenos químicos y eléctricos.

Su estudio es fundamental para comprender numerosos procesos que tienen lugar en los electrodos durante el paso de una corriente eléctrica por una solución electrolítica.

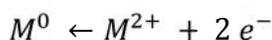
Los equipos ampliamente utilizados constan de una celda, electrodos, membrana y circuito eléctrico, la reacción se produce en la interface metal-electrolito y la membrana permite la migración iónica, pero evita el contacto y contaminación de los productos; el conductor electrolítico se cierra mediante conductores metálicos externos. Los materiales de los electrodos y la construcción del equipo son muy variados dependiendo de la aplicación.

El electrolito: Un medio acuoso que contiene los iones del metal a depositar y otros iones que migran permitiendo el paso de la corriente entre los electrodos.

El ánodo: Material sólido conductor en cuya superficie se realiza un proceso de oxidación con liberación de electrones.



El cátodo: Electrodo sólido conductor en cuya superficie se realiza un proceso de reducción con los electrones provenientes del ánodo.

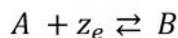


1.2 Termodinámica de los Procesos Electroquímicos.

1.2.1 Potencial y corriente.

Cuando un metal es sumergido en una solución acuosa que contiene iones de ese metal, habrá un intercambio de iones metálicos entre dos fases, el metal y la disolución. Algunos iones de la red cristalina se introducen en la solución y algunos iones de la solución entran en la red cristalina. Inicialmente puede ocurrir una de estas reacciones más rápido que el otro. Supongamos que las condiciones son tales que más iones dejan de entrar en la red cristalina. En este caso de que haya un exceso de electrones en el metal y el metal adquiere carga negativa, (carga sobre el metal por unidad de área). En respuesta a la percepción de la parte metálica de la interface, también hay un reordenamiento de las cargas en el lado de la solución de la interface. La carga negativa en el metal atrae iones cargados positivamente de la solución y repele iones cargados negativamente.

El resultado de esto es un exceso de iones positivos en la solución en la proximidad de la interface metal. Así, en este caso, el lado de la solución de la interface adquiere carga opuesta e igual, (la carga por unidad de área en el lado de la disolución de la interface). Esta carga positiva en el lado de la disolución de la interface garantiza reducir la tasa de iones que salen de la red cristalina (debido a repulsión) y acelera la tasa de iones de entrar en el cristal. Después de un cierto periodo de tiempo un equilibrio dinámico entre el metal y sus iones en la disolución tendrá como resultado:



Donde z_e es el número de electrones que participan en la reacción.

Como es de conocimiento la reacción de izquierda a derecha consume electrones y se llama reducción y la reacción de derecha a izquierda libera electrones y es llamado oxidación. En el equilibrio dinámico el mismo número de iones entran, y el mismo número de iones dejan la red cristalina.

$$\vec{z} = \tilde{z}$$

La región de interface es neutra en el equilibrio.

El resultado de la carga de la interface establece una diferencia de potencial que es una manifestación del equilibrio entre el metal en el electrodo y sus iones en la disolución:

$$\Delta\Phi = \Phi_{\text{metal}} - \Phi_{\text{solución}} \quad (1 - 1)$$

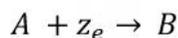
Llamado potencial absoluto del electrodo que no se puede medir y que sólo se puede comparar su valor con otro potencial absoluto de electrodo que sea fijo y reproducible llamado potencial absoluto de referencia.

Se llama entonces potencial relativo o simplemente potencial de electrodo a la diferencia de potencial absoluto de este electrodo y del electrodo de referencia:

$$E = \Delta\Phi - \Delta\Phi_{\text{ref}} \quad (1 - 2)$$

1.2.2 Electrodo y celda en equilibrio.

Si se considera la reacción en el electrodo:



El potencial estándar de electrodo es proporcional a la diferencia de la energía de formación de Gibbs, como sigue:

$$\Delta G_B^f - \Delta G_A^f = -z_e F E^0 \quad (1 - 3)$$

Según la convención de la IUPAC, los potenciales estándar positivos corresponden a una ΔG negativa, es decir, para las reacciones exotérmicas tales como oxidaciones.

Con el fin de medir la diferencia de potencial de una interface, hay que conectarlo a otro y así formar una celda electroquímica. La diferencia de potencial a través de esta celda electroquímica se puede medir.

El potencial que corresponde a una reacción electroquímica donde las concentraciones de las especies son 1M, la presión de los gases 1 atm y la temperatura 298 K se denomina potencial estándar E^0 .

Tabla I.1
Potenciales de electrodo estándar.

ELECTRODO	E^0 (V)	ELECTRODO	E^0 (V)
Li ⁺ /Li	-3.403	Fe ²⁺ /Fe	-0.447
Rb ⁺ /Rb	-2.98	Cd ²⁺ /Cd	-0.4032
Cs ⁺ /Cs	-2.92	In ³⁺ /In	-0.3384
K ⁺ /K	-2.931	Ti ⁺ /Ti	-0.336
Ba ²⁺ /Ba	-2.912	Sn ²⁺ /Sn	-0.1377
Sr ²⁺ /Sr	-2.89	Pb ²⁺ /Pb	-0.1264
Ca ²⁺ /Ca	-2.868	Cu ²⁺ /Cu	0.3417
Na ⁺ /Na	-2.71	Hg ²⁺ /Hg	0.851
Mg ²⁺ /Mg	-2.372	Ag ⁺ /Ag	0.7994
Be ²⁺ /Be	-1.847	OH ⁻ /O ₂ (g)	0.401
Al ³⁺ /Al	-1.662	Cl ⁻ /Cl ₂ (g)	13.579
Zn ²⁺ /Zn	-0.762	F ⁻ /F ₂ (g)	2.866

Fuente: G. Millazzo and S. Caroli, Wiley, New York, 1978.

El potencial de equilibrio E_e es diferente al potencial estándar de la reacción porque depende de la temperatura y las actividades de las especies A y B involucradas en la reacción.

$$\alpha = \gamma_i C \quad (1 - 4)$$

Dónde: α es la actividad de la especie, C concentración y γ_i coeficiente de actividad que puede ser determinado por la ley de Debye y Huckel.

$$\log \gamma_i = - \frac{Az_+z_-\sqrt{I_i}}{1 + Ba_i\sqrt{I_i}} \quad (1 - 5)$$

Dónde: z es el número de carga del ion positivo y negativo, $A = 0,509$ para una solución acuosa a 25 °C, $B = 3,286$, a_i el diámetro efectivo del ion y I_i es la fuerza iónica adimensional que puede ser determinada por la ecuación siguiente:

$$I_i = \frac{1}{2} [(z_+^2 C_+) + (z_-^2 C_-)] \quad (1 - 6)$$

Dónde: z el número de carga del ion positivo o negativo y C la concentración para la especie positiva o negativa.

Entonces el potencial de electrodo reversible, E_e está dada por la ley de Nernst:

$$E_e = E^0 + 2.3 \frac{RT}{z_e F} \log \left[\frac{a_B}{a_A} \right] \quad (1 - 7)$$

Dónde: E^0 el potencial estándar, R constante general de los gases, T la temperatura, F constante de Faraday, y z_e carga eléctrica.

En cuanto a la caída óhmica, está asociada a la resistencia eléctrica del sistema con las contribuciones del electrolito y la membrana puede incluirse la caída en el metal y el material de la celda etc.; la resistividad depende de la naturaleza de los iones, concentración y temperatura del electrolito, mientras en la membrana es inversamente proporcional a la porosidad compatible con su función separadora.

El voltaje de celda resulta de la contribución de los potenciales electroquímicos de equilibrio, las sobretensiones anódica y catódica y la caída óhmica:

$$E_R = E_T + \eta_A + \eta_C + \eta_\Omega + \eta_K \quad (1 - 8)$$

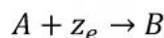
Donde la diferencia de potencial entre el ánodo y el cátodo está dada por:

$$E_T = E_a - E_c \quad (1 - 9)$$

1.3 Leyes de Faraday.

Las leyes de Faraday establecen la relación entre la corriente que pasa a través de la interface electrodo electrolito y la tasa de conversión del reactante de interés. Así en

la reducción de la especie A que implica z_e electrones:



- La *cantidad de una sustancia* producida durante una electrólisis es directamente *proporcional a la intensidad de corriente y al tiempo* que circula por la misma, es decir, a la cantidad de electricidad (carga eléctrica) que circula por el electrolito.

$$m = kQ \quad (1 - 10)$$

- Para una misma carga eléctrica, *la masa de una sustancia obtenida* en una electrólisis *es proporcional a su equivalente gramo*.

$$m = \frac{P_{at}}{z_e F} Q \quad (1 - 11)$$

Donde F es la constante de Faraday igual a 96487 coulomb, z_e es la carga eléctrica de un mol de electrones, P_{at} es el peso atómico y Q es la carga eléctrica.

1.4 Cinética de los procesos electroquímicos.

Los reactores electrolíticos operan generalmente bajo condiciones de no equilibrio, donde la cinética dicta la selectividad y rendimiento de los productos, contribuyendo al diseño, operación y optimización de los procesos; en estas condiciones deben controlarse algunos parámetros, como la corriente eléctrica aplicada entre electrodos.

Cuando una reacción electroquímica alcanza el equilibrio (no se produce corriente neta), el potencial E_e viene dado por la ecuación de Nernst; si existe un sobrepotencial en el electrodo (η) se producirá el correspondiente cambio de concentración en la superficie electródica.

Donde η es una medida del alejamiento del equilibrio (grado de irreversibilidad), con cambios químicos que originan un sistema dinámico en el que entra en juego la cinética.

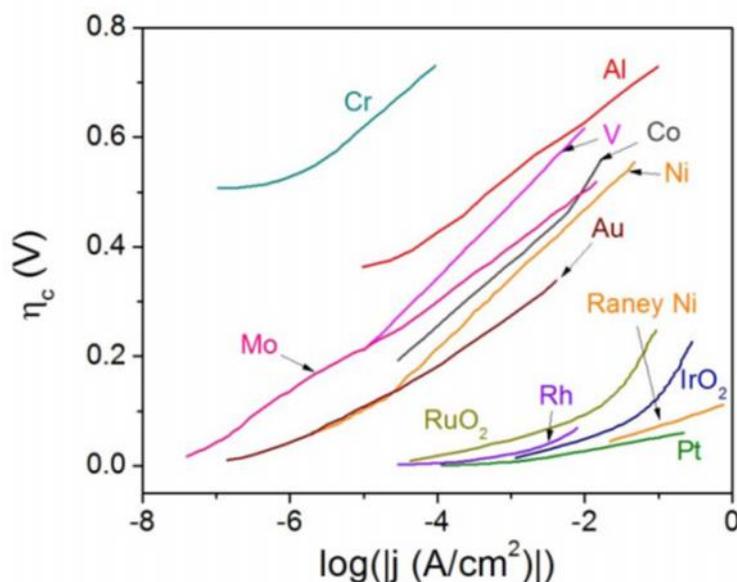
El sobre voltaje es la diferencia entre el potencial medido del electrodo y el potencial reversible o de equilibrio.

$$\eta = E_m - E_e \quad (1 - 12)$$

El potencial del sobre voltaje es influenciado, por pH, temperatura, por la composición de la disolución electrolítica y altamente éste varia por las características del material de los electrodos.

Figura 1-1

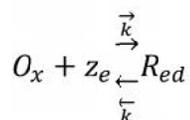
Sobrepotencial para la evolución del hidrógeno en diferentes materiales catódicos.



Fuente: Chen Z, Jaramillo T.F., et al. *Nano Letters*, 2011.

Las reacciones químicas que involucran transferencia de cargas eléctricas son reacciones heterogéneas que se produce por efecto de un campo eléctrico, aplicado o inducido por el sistema.

La cinética electroquímica estudia la velocidad de ocurrencia de una reacción electroquímica como sigue:



El paso de un mol de reactivo a producto requiere de $z_e F$ coulombios, y en consecuencia la cantidad de carga que pasa por el electrodo dQ necesario para consumir dN_{ox} de reactivo es:

$$dQ = -z_e F dN_{ox} \quad (1 - 13)$$

La variación de la carga respecto al tiempo resulta:

$$\frac{dQ}{dt} = -z_e F \frac{dN_{ox}}{dt} \quad (1 - 14)$$

Dónde:

$$\frac{dQ}{dt} = I = \text{corriente eléctrica [A]} \quad (1 - 15)$$

$$\frac{I}{A} = i = \text{densidad de corriente [A/m}^2\text{]} \quad (1 - 16)$$

Por lo tanto:

$$i = -z_e F \frac{1}{A} \frac{dN_{ox}}{dt} \quad (1 - 17)$$

$$i = -z_e F v \quad (1 - 18)$$

La densidad de corriente es entonces una medida de la velocidad de reacción electroquímica que tiene lugar sobre un electrodo inmerso en un electrolito.

1.5 Mecanismos de transporte.

Para una reacción simple, la velocidad depende básicamente de dos etapas:

La aproximación de reactivos desde la solución hasta la superficie de reacción, que está controlada por la difusión másica en la capa.

La transferencia electrónica en el electrodo, control por transferencia de carga.

1.5.1 Control por transferencia de masa.

Bajo control por transferencia de masa la velocidad o densidad de corriente viene dada por la ley de Fick:

$$i = z_e F D_i \frac{(C_t - C_0)}{\delta} \quad (1 - 19)$$

Siendo z_e el número de carga y D_i coeficiente de difusión de la especie, esto suele ocurrir cuando los reactivos están a menor concentración.

El coeficiente de difusión puede ser determinado por la siguiente ecuación:

$$D_i = \frac{uRT}{zF} \quad (1 - 20)$$

Dónde: u movilidad iónica de la especie.

Si la difusión es mucho más lenta que la transferencia electrónica, entonces la concentración inicial es aparentemente cero y la velocidad es igual a la densidad de corriente limitante; por otra parte, el espesor de la capa de difusión depende del régimen de flujo, que disminuye con la agitación del electrolito.

$$i_L = \frac{z_e F D_i}{\delta} C_t \quad (1 - 21)$$

Tabla I-2

Coeficientes de difusión de electrolitos a diferentes concentraciones (cm^2/s)* 10^{-5} .

ELECTROLITO	TEMPERATURA (°C)	CONCENTRACIÓN (mol/dm^3)						
		0	0.001	0.002	0.003	0.005	0.007	0.010
LiCl	25	1.366	1.345	1.337	1.331	1.323	1.318	1.312
NaCl	25	1.610	1.585	1.576	1.570	1.560	1.555	1.545
KCl	25	1.993	1.964	1.954	1.945	1.934	1.925	1.917
RbCl	25	2.051		2.011	2.007	1.995	1.984	1.973
CsCl	25	2.004	2.013	2.00	1.992	1.978	1.964	1.958
LiNO ₃	25	1.336			1.296	1.289	1.283	1.276
AgNO ₃	25	1.765			1.719	1.708	1.698	
CaCl ₂	25	1.335	1.263	1.243	1.230	1.213	1.201	1.188
Li ₂ SO ₄	25	1.041	0.990	0.974	0.965	0.950		
MgSO ₄	25	0.849	0.768	0.740	0.727	0.710		

ZnSO ₄	25	0.846	0.748	0.733	0.724	0.705
-------------------	----	-------	-------	-------	-------	-------

Fuente: H.A. Robinson y R.H. Stokes Wiley, New York, 1984.

1.5.2 Control por transferencia de carga.

En el caso de que el control sea por transferencia de carga, la velocidad se calcula con la ley de Butler-Volmer:

$$i = i_0 \left\{ \exp\left(\frac{\beta z_e F}{RT} \eta\right) - \exp\left(\frac{(1 - \beta) z_e F}{RT} \eta\right) \right\} \quad (1 - 22)$$

Donde i_0 es la *densidad de corriente de intercambio* que representa el valor común de las densidades de corriente parciales catódica y anódica cuando la reacción está en equilibrio, describe la cinética del sistema en equilibrio, mide la velocidad de transferencia de carga de la forma oxidada y de la forma reducida cuando no hay paso de corriente neta en la interface. En la tabla se indican las densidades de algunos procesos, donde se observa que los valores dependen del sistema.

Tabla I-3
Densidades de corriente de intercambio.

SISTEMA	ELECTRODO	MEDIO	i_0 /A
C2+/Cu	Cu	CuSO ₄ 10 ⁻³ M	2*10 ⁻¹
Fe2+/Fe	Fe	FeSO ₄ 10 ⁻³ M	1*10 ⁻⁴
H+/H2	Hg Pt	HSO ₄ 5.10 ⁻² M HSO ₄ 5.10 ⁻² M	5*10 ⁻⁹
Hg2+/Hg	Hg	Hg(NO ₃) ₂ 1 Mm +HClO ₄ 2*10 ⁻³ M	5*10 ⁻³
Na+/Na	Hg	NaOH 10 mM	4*10 ⁻²
Ni2+/Ni	Ni	NiSO ₄ 10 ⁻³ M	2*10 ⁻⁵
Pb2+/Pb	Hg	Pb(NO ₃) ₂ mM	1*10 ³
Zn2+/Zn	Zn Hg	ZnSO ₄ 10 ⁻³ M Zn(NO ₃) ₂ mM	2*10 ⁻¹⁷

Fuente: Millazzo y S.Caroli Wiley New York 1978.

Los coeficientes de transferencia de carga dependen del mecanismo de reacción y se calculan por:

$$\beta = b \left(\frac{RT}{A} \right) \quad (1 - 23)$$

Siendo b la pendiente de la rama correspondiente en el diagrama de Evans para una reacción de etapa y electrón simples los coeficientes son próximos a 0,5.

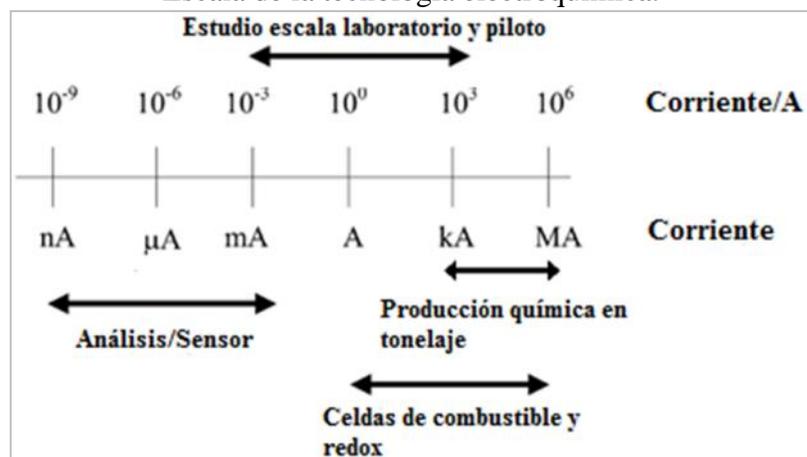
1.6 Tecnología de los Reactores Electroquímicos.

Un reactor electroquímico óptimamente desarrollado es aquel que permite obtener una mayor eficiencia de corriente y una alta productividad de proceso donde tiene lugar una conversión simultánea de energías, química y eléctrica.

1.6.1 Reactores experimentales de macroelectrólisis.

Los reactores experimentales de macroelectrólisis buscan transformar una cantidad apreciable de materia en un tiempo razonable. Estos reactores experimentales pueden trabajar de modo potencioestático o galvanostático. Un reactor potencioestático está limitado a nivel laboratorio y mucho más a un primer escalamiento de la celda y electrodos esto se debe al elevado costo de un potencióstato con la salida de corriente mayor a 10 Amperes que se requiere para controlar el sistema.

Figura 1-2
Escala de la tecnología electroquímica.



Fuente: F. C. Walsh Ingeniería Química. Universidad de Bath, Claverton Down, Bath BA2 7AY, UK © 2001.

1.6.2 Parámetros operacionales de los reactores electroquímicos.

Constituye el núcleo de estos sistemas y que pueden caracterizarse con los siguientes parámetros:

Conversión: Como en cualquier otro proceso químico, se define como la fracción de reactivo consumido en una reacción electroquímica:

$$x_A = 1 - \frac{C_t}{C_0} \quad (1 - 27)$$

Eficiencia de corriente: En conclusión, el peso de material efectivamente depositado versus el que teóricamente debía haberse precipitado constituye la eficiencia de corriente (η_i)

$$\eta_i = \frac{m_r}{m_t} \quad (1 - 28)$$

Un valor inferior a la unidad puede indicar la formación de subproductos por reacciones secundarias o bien por electrolisis del disolvente u otro electrolito de soporte.

Consumo energético: Representa la energía necesaria para obtener una cantidad específica de producto:

$$W = \frac{E_r I t * 10^{-3}}{m_r} \quad (1 - 29)$$

Eficiencia energética de la celda: Este parámetro representa la razón entre la energía teóricamente requerida W_t , es decir, que las reacciones que se producen en los electrodos son rápidas y en ausencia total de términos resistivos en las celdas de

electrólisis, y la energía realmente consumida W_r en las condiciones particulares reales de la electrólisis.

$$P_w = \frac{W_t}{W_r} \quad (1 - 30)$$

1.6.3 Propiedades de los reactores electroquímicos.

Es posible clasificar los reactores de acuerdo a las características propias que éstos poseen.

Tabla I-4
Clasificación de los reactores electroquímicos.

EN FUNCIÓN DE LA EXISTENCIA O NO DE SEPARADOR	Dividida No dividida			
EN VIRTUD DE SU FORMA GEOMÉTRICA	Paralelepípedo Cubo Cilíndrica Forma variable			
SEGÚN EL TIPO DE CONEXIÓN ELÉCTRICA	Monopolar Bipolar			
SEGÚN EL TIPO DE ELECTRODO	ESTÁTICO			
	Dos dimensiones	Tres dimensiones		
	Placas Cilindros Placas expandidas	Porosos	Lecho compacto	
		Placas perforados	Gránulos	
		Mallas	Microesferas	
		Tejidos	Fibras	
	Filtros	Barras cilíndricas		
	Espumas	Anillos rasching		
MOVIL				
Rotatorio 2D	Lecho fluidizado 3D	Lecho móvil 3D		
	Microesferas Esferoides	Inclinado Vibrante Pulsante		

Fuente: José González García, Vicente Montiel y Antonio Aldaz. 1998.

Los reactores electroquímicos también se clasifican dependiendo de la forma en que el electrólito circula por éstos, existen tres tipos básicos de reactores electroquímicos.

Tabla I-5
Reactores electroquímicos según el modo de operación.

TIPO DE REACTOR	NOMBRE COMERCIAL	VENTAJAS	DESVENTAJAS
Flujo pistón	Rollo Suizo ESE	Gran área catódica v/s volumen de celda	Limitado volumen para depósito Elevado costo de bombeo
Tanque agitado continuo	Eco cell	Gran velocidad de transferencia de masa	Requiere de un sistema de remoción
	Lecho fluidizado	Amplia superficie catódica	Mala distribución de potencial Elevado costo de bombeo
	Chemelec cell	Gran velocidad de transferencia de masa	Sus efluentes deben pasar por etapas posteriores de tratamiento
Bacht	Lecho tubular rotatorio	Amplia superficie catódica	Alto consumo específico de energía
	Espouted bed cell	Amplia superficie catódica	Taponamiento de la membrana

Fuente: *Introducción a la ingeniería electroquímica F. CCEURET. Ed. REVERTE. 1992.*

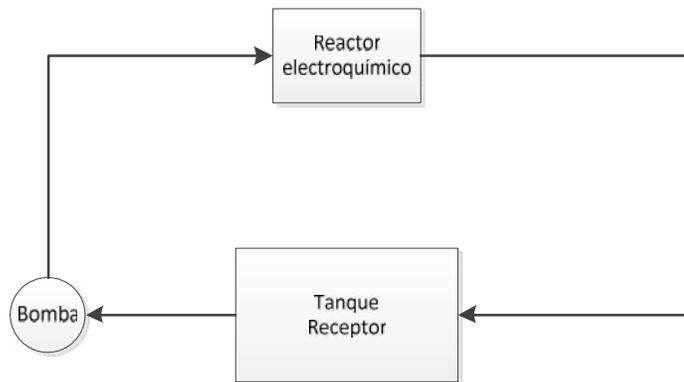
1.7 Reactor de flujo pistón.

Los reactores de flujo pistón son aquellos que operan de manera continuo y en estado estacionario. Los reactivos alimentan el electrolito que fluye en el reactor y a la parte que no reaccionan. Los productos se descargan en el extremo final del reactor. La concentración tanto del reactivo como del producto, es función de la longitud del reactor y el tiempo de residencia es igual para todas las especies.

Cuando existe una alta resistencia a la transferencia de masa, la concentración también es función del radio geométrico.

Por otra parte, con el propósito de mantener las condiciones de operación constantes y así obtener la conversión deseada, los reactores operan con recirculación.

Figura 1-3
Proceso electroquímico con recirculación.



Fuente: F. C. Walsh Ingeniería Química. Universidad de Bath, Claverton Down, Bath BA2 7AY, UK © 2001.

Para los reactores de flujo pistón con recirculación, la concentración cambia con la conversión.

1.7.1 Modelo matemático para un reactor de flujo pistón con recirculación.

Si el volumen del tanque receptor es mucho mayor que el volumen del reactor rectangular, entonces en base a un balance de materia la concentración a la entrada a un tiempo dado está definida por la siguiente expresión:

$$c_t = c_0 \exp \left[-\frac{t}{\tau_r} \{1 - \exp(-k_m A_e \tau)\} \right] \quad (1 - 31)$$

Dónde: c_t es la concentración a la salida del reactor, c_0 es la concentración inicial, τ_r el tiempo de residencia en el tanque receptor, τ el tiempo de residencia en el reactor, A_e el área específica del electrodo y t el tiempo de electrolisis.

A su vez el tiempo de residencia se define como sigue:

$$\tau_r = \frac{V_r}{Q} \quad (1 - 32)$$

Dónde: V_r el volumen del fluido en el tanque receptor y Q el flujo volumétrico que sale del tanque receptor.

Por otra parte el tiempo de residencia en el reactor se define de la misma forma:

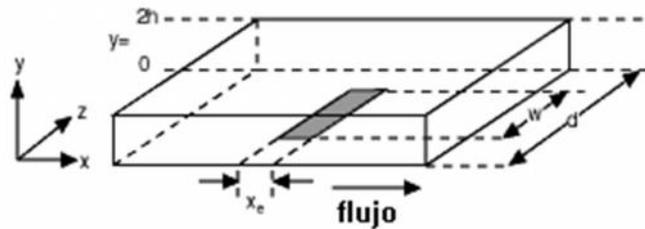
$$\tau = \frac{V}{Q} \quad (1 - 33)$$

Dónde: V el volumen del fluido en el reactor y Q el flujo volumétrico que sale del reactor.

1.8 Flujo a través de una sección rectangular.

El flujo a través de una sección rectangular a lo largo de una placa paralela, impulsada por una fuerza externa de un fluido Newtoniano; es el característico de un reactor electroquímico tipo filtro prensa, siendo el más usual en la electro síntesis y la deposición de metales.

Figura 1-4
Flujo a través de una sección rectangular.



Fuente: F. C. Walsh Ingeniería Química. Universidad de Bath, Claverton Down, Bath BA2 7AY, UK © 2001.

Cuya condición de flujo del electrolito describe el número de Reynolds y la energía mecánica está representada por la ecuación de Bernoulli.

$$Re = \frac{vd_e\rho_f}{\mu} \quad (1-34)$$

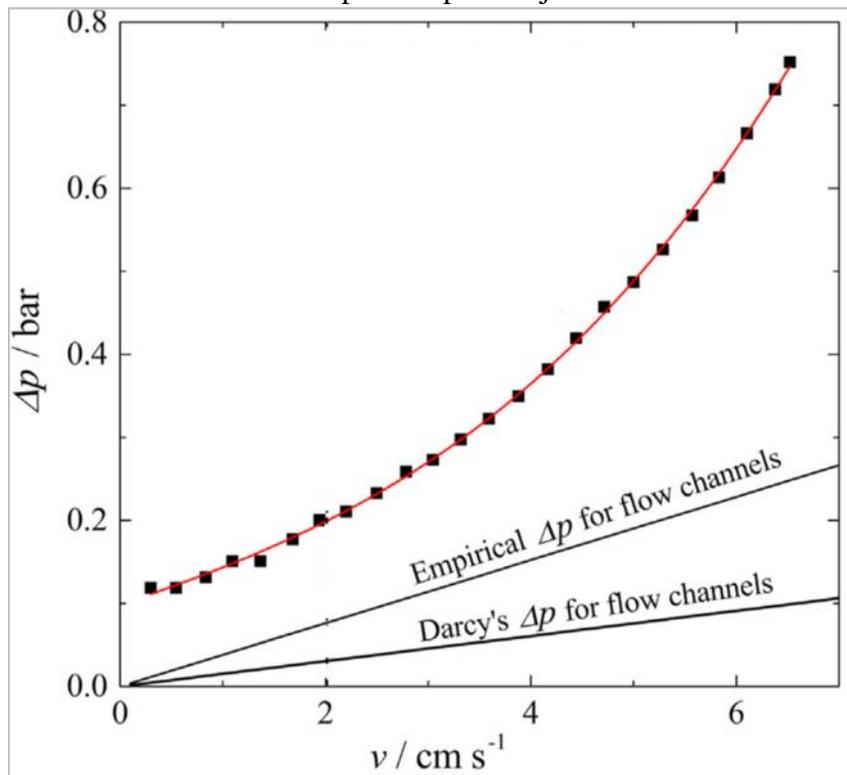
$$\frac{1}{\rho}\Delta P + \Delta\left(\frac{v^2}{2}\right)g\Delta(h) = w_f + w_M \quad (1-35)$$

La potencia necesaria para bombear el electrolito a través del reactor y lograr el caudal necesario, está dada por la siguiente expresión:

$$P_b = Q\Delta P \quad (1-36)$$

Dónde: ΔP caída de presión y Q flujo volumétrico.

Figura 1-5
Caída de presión para flujo canal.



Fuente: C. Ponce de León I. F.C. Walsh "Transporte de masa y dispersión de flujo en un módulo filtro prensa" Ingeniería Química 2008.

Los reactores electroquímicos experimentales de sección rectangular en general son diseñados para describir con precisión el transporte de masa en una sola dimensión

perpendicular a la superficie del electrodo, es decir, en una sección longitudinal del canal a corriente límite.

Para un flujo totalmente desarrollado en un canal de sección rectangular, la correlación de grupos adimensionales más comunes, se representa de la siguiente forma:

$$Sh = x\gamma * Re^b * Sc^c * L_e^e \quad (1 - 37)$$

Tabla 1-6
Grupos adimensionales utilizados en transporte de materia.

GRUPO ADIMENSIONAL	DEFINICIÓN	ECUACIÓN	SIGNIFICADO
Número de Sherwood	$Sh = \frac{hL}{k_f}$	(1-38)	Transporte de materia por convección forzada
Número de Stanton	$St = \frac{h}{\rho v c_p}$	(1-39)	Transporte de materia por convección forzada
Número de Reynolds	$Re = \frac{v d_e}{\mu}$	(1-40)	Flujo de fluido en convección forzada
Número de Grashof	$Gr = \frac{L^3 \rho g \beta \Delta T}{\mu^2}$	(1-41)	Flujo de fluido en convección natural
Número de Schmidt	$Sc = \frac{\mu}{\rho D}$	(1-42)	Propiedades de transporte

Fuente: Un primer curso de ingeniería electroquímica. Frank Walsh Ed. Club Universitario 2000.

Tabla 1-7
Correlaciones de números adimensionales.

CONDICIONES	a	b	c	e
Expresión teórica para el flujo laminar totalmente desarrollada en electrodos de anchura infinita $Re Sc (d_e/L) > 104 ; L/d_e < 35$	1,85	1/3	1/3	1/3
Flujo laminar totalmente desarrollado $58 < Re < 2000; 2850 < Sc < 5140$ $0,17 < L/d_e < 12,5; \gamma = 0,167$ o $0,175$	2,54	0,3	0,3	0,3
Flujo turbulento totalmente desarrollado $2000 < Re < 20000; L/d_e < 12,5$	0,023	0,8	1/3	min

Fuente: Un primer curso de ingeniería electroquímica. Frank Walsh Ed. Club Universitario 2000.

En el caso de un flujo laminar totalmente desarrollado, la expresión teórica resultante depende del factor de corrección geométrico, definido como:

$$\gamma = \frac{a}{B} \quad (1 - 43)$$

Dónde: γ factor de corrección geométrico, a anchura del compartimento y B la base del compartimento.

El grupo de longitud adimensional, es la relación de diámetro hidráulico equivalente respecto a la longitud del electrodo en la dirección del flujo:

$$L_e = \frac{d_e}{L} \quad (1 - 44)$$

Dónde: L_e longitud adimensional, d_e diámetro hidráulico y L longitud del electrodo.

El parámetro característico tanto para Re como para Sc es el diámetro hidráulico equivalente que se define como la relación siguiente:

$$d_e = \frac{4Ba}{2B + 2a} \quad (1 - 45)$$

La velocidad utilizada en el número de Reynolds, es la velocidad normal en la dirección del flujo definida de la siguiente forma:

$$v_f = \frac{Q}{Ba} \quad (1 - 46)$$

Dónde: v_f velocidad normal de flujo y Q flujo volumétrico.

La geometría del distribuidor presenta un área libre que permite el flujo hidrodinámico con velocidad significativo a través de los orificios que puede calcularse con la siguiente ecuación:

$$v_{for} = \zeta_{or} \left(\frac{2\Delta P_d}{\rho_f} \right)^{1/2} \quad (1 - 47)$$

$$\Delta P_d = 0.3\Delta P \quad (1 - 48)$$

Dónde: ΔP_d caída de presión en el distribuidor, y ΔP caída de presión en flujo canal y ζ_{or} coeficiente de descarga que es función del espesor del distribuidor y el arreglo de los agujeros, etc.

Tabla 1-8
Coeficiente de descarga para platos perforados y boquillas.

Re	100	300	500	1000	2000	>3000
ζ_{or}	0,68	0,7	0,68	0,64	0,61	0,6

Fuente: *Ingeniería de las Reacciones Químicas* © Editorial Reverté, S.A. 1990.

El número de orificios para el distribuidor se puede resolver a partir de:

$$\frac{v_f}{v_{for}} = \frac{\pi d_{or}^2}{4 Ba} N_{or} \quad (1 - 49)$$

Dónde: N_{or} es el número de orificios de la placa distribuidor y d_{or} diámetro interno de los orificios ($d_{or} \leq 2$ mm para placas experimentales).

El número de filas para una placa distribuidor de flujo de área específica está dado por la siguiente ecuación:

$$N_{for}^f = \frac{\gamma}{N_{or}} 100 * s \quad (1 - 50)$$

Dónde: γ el factor de corrección geométrico y s es el porcentaje del total de área ocupado.

1.9 Membranas de intercambio iónico.

El intercambio iónico es un fenómeno químico superficial que se produce entre un sólido iónico y una solución electrolítica sin modificación sustancial de la estructura del sólido.

En la mayoría de los casos, el material utilizado es un producto sintético con un elevado poder de intercambio iónico. Diversas sustancias naturales tienen

propiedades de intercambio iónico tales como la sílice, la celulosa, la lignina y el vidrio. El transporte de componentes a través de la membrana se realiza siempre aplicando una fuerza impulsora. Esta fuerza puede ser debida a gradientes de concentración, presión, temperatura o potencial eléctrico.

Tabla I-9
Fuerza impulsora de transporte a través de membranas.

SEPARACION	GRADIENTE	MECANISMO
diálisis	concentración	difusión restringida
electrodiálisis	potencial eléctrico	transporte contra iónico
nano filtración	presión hidrostática	tamizado y difusión restringida
osmosis inversa	presión hidrostática v/s presión osmótica	flujo capilar y retención preferencial

Fuente: P.V Danckwerts. (1953).

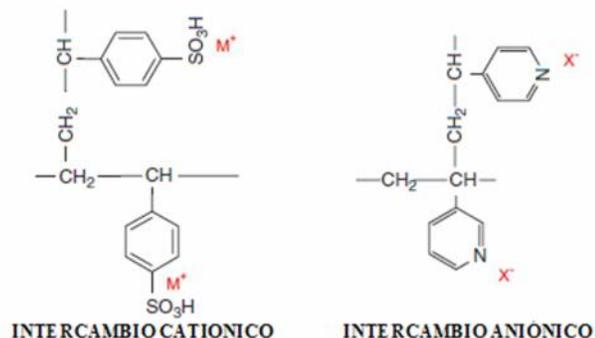
Es importante puntualizar que una membrana, no se define como un material pasivo, sino como un material funcional; ya que realiza una selección de los elementos contenidos en la alimentación.

Hay dos tipos de membranas de intercambio iónico:

Membranas de intercambio catiónico que contienen grupos cargados negativamente, como por ejemplo (SO_3^- , PO_3^{2-} , PO_2H^-), fijados a la matriz del polímero (por ejemplo, poliestireno).

Membranas de intercambio aniónico que contienen grupos positivamente cargados (NR_3^+ , NH_3^+ , SR_2^+) fijados a la matriz del polímero.

Figura 1-6
Membrana de intercambio iónico.



Fuente: *Ciencia y Tecnología de membranas*. © 2017 by John Wiley & Sons Ltd.

En la membrana de intercambio catiónico, los aniones fijos se encuentran en equilibrio eléctrico con los cationes móviles en los espacios intersticiales del polímero. En cambio, los aniones móviles están excluidos casi en su totalidad de la membrana de intercambio catiónico, ya que su carga eléctrica es idéntica a la de los iones fijos; debido a la exclusión de los aniones, la membrana de intercambio catiónico solo permite el transporte de cationes. Las membranas de intercambio aniónico, llevan las cargas positivas fijadas en la matriz del polímero, por lo tanto, excluyen a los cationes y sólo son permeables a los aniones.

1.10 El zinc.

El zinc se encuentra a menudo en la naturaleza junto con otros minerales de sulfuro. Los metales se separan por diferentes métodos, como el zinc es resistente a la corrosión y fácil de aplicar, gran parte del mismo se usa para proteger los productos a base de hierro y acero.

En Bolivia¹ la esfalerita oscura, rica en inclusiones microscópicas de estanita de grano grueso que ha sufrido una fuerte recristalización acompañadas de molibdenita, calcopirita, pirrotina, arsenopirita y pirita, se observan en las pegmatitas de la terminación meridional del batolito de Sorata.

¹ "Los minerales de Bolivia y sus parajes" Tomo I. ed. 1998.

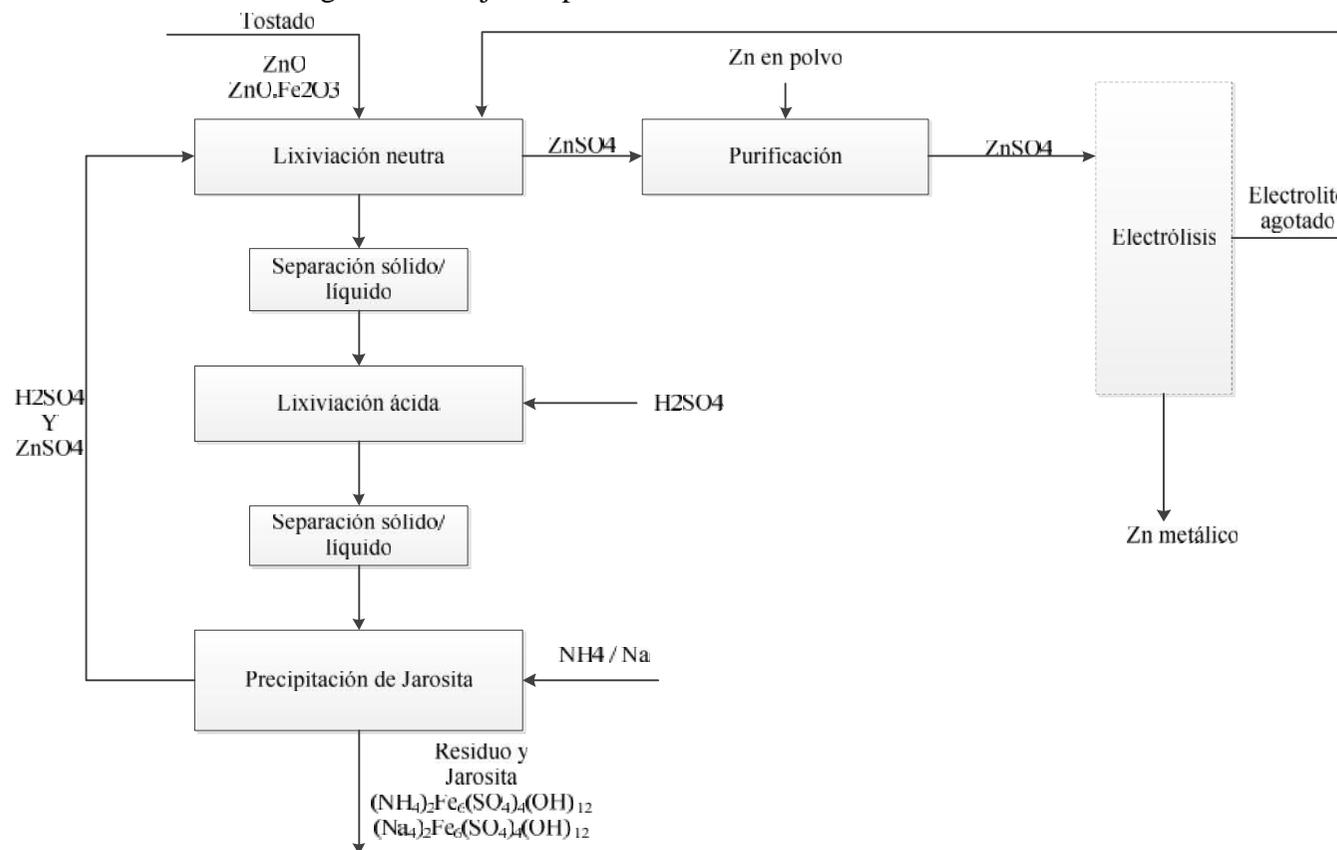
Los yacimientos donde la blenda acompaña a la galena se presentan en la Chojña, Bolsa Negra, Colquiri, Caluyo, Mina Matilde, en Tupiza Morados, Potrero, San Lucas, Tajo de la Mina de Pulacayo y en los Lípez. En Tarija grandes yacimientos de sulfuro polimetálico de oro, plata y zinc. En Palos Blancos minerales como el zinc, al igual que en San Juan del Oro, El Puente en la zona alta.

1.10.1 El proceso electrolítico de obtención de zinc.

La mayoría del zinc metálico actualmente es producido a partir de la electrolisis de solución de sulfato de zinc, producido previamente por un proceso hidrometalúrgico desde la extracción de la materia prima hasta el producto requerido.

Figura 1-7

Diagrama de flujo del proceso electrolítico de obtención de zinc.



Fuente: Proceso de extracción electrolítico de zinc (Morgan, 1985)

1.10.2 Extracción de mineral.

Aproximadamente el 80 % de los yacimientos de zinc se encuentran bajo tierra, el 8 % se encuentran a cielo abierto, mientras que el resto son una combinación de ambos tipos. La concentración de zinc en los minerales suele variar entre el 5 y el 15 % dependiendo del mineral sulfuroso a tratar, específicamente la mena principal del zinc es la blenda.

1.10.3 Molienda.

El proceso que existe en un circuito de molienda es variable que depende de la mena a tratar y del tamaño de partícula a lixiviar que define la velocidad de disolución y por consiguiente el porcentaje de recuperación en un determinado periodo. Según prácticas industriales, unos tamaños típicos de menas para lixiviación para diferentes minerales pueden ser lo siguiente:

Tabla I-10
Tamaños típicos de menas para lixiviación.

MINERAL	TAMAÑO LIXIVIACIÓN (mm) (mallas ASTM)
Cobre oxidado	-12.00
Oro	-0.25 (-60)
Conc. de oro (Sulfuros)	-0.044 (-325)
Uranio	-2 a -0.15 (-10 a-100)
Bauxita	-0.15 (-100)
Limenita	-0.074 (-200)
Laterita (níquel)	-0.841 a - 0.074 (-20 a -200)
Conc. de níquel (Sulfuros)	-0.074 (-200)
Calcinados de zinc	-0.074 (-200)

Fuente: ITGE minería química ed. 1991.

1.10.4 Lixiviación atmosférica.

Para mejorar la recuperación del zinc y evitar así pérdidas de metal se efectúa la lixiviación ácida durante 2 a 4 horas. Bajo estas condiciones no sólo se disuelve el zinc, sino también el hierro asociado a la ferrita de zinc (franklinita); obteniéndose una solución rica en zinc que contiene entre 15-30 g/l de hierro que debe ser eliminado de la misma.



El porcentaje de sólidos debe ser en la mayoría de los casos lo más alto posible para alcanzar una alta concentración del ion metálico en la solución de lixiviación, la velocidad de agitación debe ser lo suficiente alta para mantener los sólidos en suspensión, para que no decanten. Una velocidad de agitación alta tiende a favorecer la cinética de la reacción.

Tabla I-11
Métodos de lixiviación.

MÉTODO LIXIVIACIÓN	TAMAÑO (mm)	TIEMPO APROX.
ESTÁTICA		
En sitio	Grandes y variable	Variables
En vacíos	Hasta 1500	Años
En pilas	Hasta 150	1 a 6 meses
En tanques	Hasta 12	15 a 30 días
DINÁMICA		
Con agitación	Hasta 2	2 a 24 horas
Con agitación	Hasta 0,010	1 a 10 horas

Fuente: ITGE minería química ed. 1991.

1.10.5 Neutralización.

La neutralización es la etapa en la que de una forma se pueda precipitar el hierro con el que coprecipitan impurezas como el As, Sb y Ge. También se coprecipitan sílice coloidal e hidróxido de aluminio. Esta precipitación de Fe^{3+} se efectúa actualmente haciendo uso de las precipitaciones jarosítica, goetítica o hematítica.

el hierro podía ser precipitado como jarosita que es un compuesto sintético cristalino cuya fórmula es $\text{M}_2\text{Fe}_6(\text{SO}_4)_4(\text{OH})_{12}$ donde M puede ser Na, K, NH_4 , etc., añadiendo NH_4^+ o Na^+ a la disolución, ajustando el pH a 1,5 y fijando una temperatura de unos 90°C. El resto del hierro se puede precipitar a pH 3,5 por neutralización. La jarosita tiene la ventaja de separarse muy bien de la disolución. Con este método se puede permitir la lixiviación de más hierro, a la vez que se recupera el zinc de las ferritas aumentando así la recuperación de zinc del mineral.

La reacción de precipitación es la siguiente:



1.10.6 Separación sólido líquido.

La lixiviación por agitación produce una pulpa consistente en pequeñas partículas sólidas en suspensión en la disolución. Una etapa de separación sólido líquido es absolutamente necesaria para sacar los sólidos de la solución y enviarlos al depósito de relaves, mientras la solución clarificada puede pasar a una posterior etapa de recuperación de valores. Los espesadores son equipos que efectúan la separación líquido sólido por decantación de los sólidos.

El sólido (barro decantado) siempre viene acompañado de disolución de impregnación, y ésta contiene valores, por lo cual es importante recuperarla. Después de la lixiviación dinámica, la pulpa que se obtiene del último agitador debe pasar por etapas de separación sólido líquido y lavado, antes de desechar los sólidos lixiviados. El lavado se puede realizar en varios espesadores en los cuales el agua de lavado y la

pulpa fluyen en contracorriente. Del primer espesador sale la solución exenta de sólidos que continúa el proceso y del último, el mineral agotado o relave.

A las operaciones de lavado de los sólidos en contracorriente, se les denomina decantación en contracorriente (DCC).

1.10.7 Purificación y concentración de la disolución.

Uno de los métodos de purificación de mayor desarrollo es el proceso de extracción por solventes o proceso SX. Pero también existen otros métodos de purificación tales como la cementación y precipitación.

Tabla I-12
Impurezas en la disolución de lixiviación del zinc.

ELEMENTO	ANTES DE PURIFICACIÓN (mg/l)	DESPUÉS DE PURIFICACIÓN (mg/l)
Fe	3000	< 2000
Cu	1000	< 0.1
Cd	1000	0.1-0.2
Co	30-50	0.1-0.2
Ni	30-50	trazas
Sb, As	0,1	< 0.01
Ge	< 0.1	< 0.01

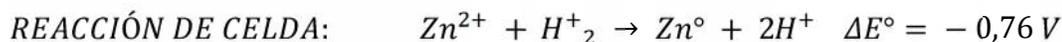
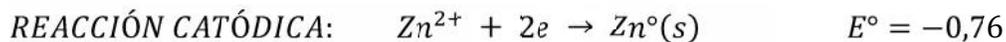
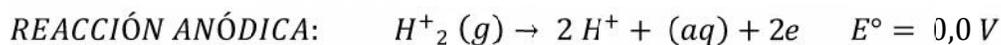
Fuente: ITGE minería química ed. 1991.

1.10.8 Electrólisis.

Una vez purificada la disolución, ésta se pasa a la instalación de electrólisis para la recuperación metálica.

La disolución pasa a las cubas de electrólisis que son rectangulares de hormigón y recubiertas de PVC constituidas por ánodos de plomo aleado con algo de plata para

reducir su corrosión y, por tanto, la contaminación del zinc con plomo y cátodos de aluminio.



El potencial estándar de zinc iónico es $-0,76V$, pero cuando se electroliza una solución de sulfato de zinc, no sólo se deposita el zinc; si no también evoluciona el hidrogeno. Las grandes industrias utilizan dos métodos típicos eficientes en la obtención electrolítico de zinc, uno de ellos con soluciones altamente ácidos con una densidad de corriente de $550 A/m^2$ y el otro con soluciones de acidez baja a una densidad de corriente de $350 A/m^2$.

La electrólisis de zinc es extremadamente sensible a la presencia de impurezas en el electrolito.

Estas impurezas se pueden clasificar en diferentes grupos:

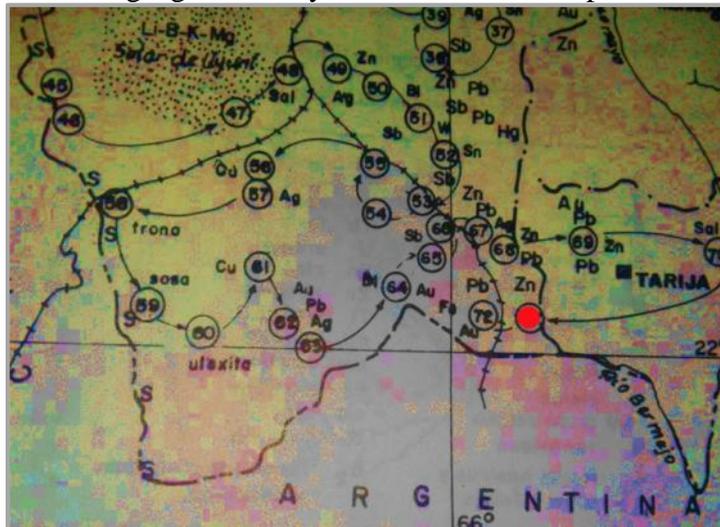
- El primer grupo está compuesto por las impurezas que son más electronegativos que el zinc, como el potasio, el sodio, el calcio, el manganeso, el aluminio o el magnesio. Estas impurezas no interfieren directamente con el proceso electrolítico.
- En el segundo grupo se encuentran las impurezas cuyo potencial de electrodo se encuentra entre el potencial del Zn^{2+} y el del H^+ . Es el caso del plomo, el cadmio, el talio y el estaño, en los que el sobre voltaje de hidrógeno es superior al del zinc. Estos metales se depositan y forman impurezas en el zinc.

CAPÍTULO II
PARTE EXPERIMENTAL

2.1 Descripción y caracterización de la materia prima.

La materia prima es un mineral, sulfuroso polimetálico de fuente natural; perteneciente a vetas mesotermales. Extraído de la región sud del Estado Plurinacional de Bolivia Provincia Modesto Omiste del departamento autónomo de Potosí, al este limita con la provincia Méndez del departamento autónomo de Tarija y al norte con la provincia sud chichas y al sur limita con la república federal de Argentina.

Figura 2-1
Ubicación geográfica del yacimiento de sulfuro polimetálico.



Fuente: Cortesía Fuerza Aérea Militar Sección Cartografía - Bolivia 2015.

Figura 2-2
Descripción de Sulfuro Polimetálico (Blenda).



La Blenda natural, es una mezcla de ZnS con cantidades considerables de Galena, Pirita, Siderita y Cuarzo. Así mismo la Blenda contiene otros elementos en mezcla isomorfa. La proporción de Ag en interposición mecánica llega a ser importante.

Fuente: Cortesía mina San Pedro Prov. Modesto Omiste - Bolivia 2015.

Tabla II-1
Descripción y características físicas de Sulfuro Polimetálico (Blenda)

COLOR	Marrón oscuro a negro
RAYA	De tono marrón de hígado o blanco amarillento
HÁBITO	Dodecaédrico, tetraédrico o hexaédrico
BRILLO	Resinoso, diamantino semimetálico. En ejemplares finamente granulados tiene brillo graso.
CLIVAJE	Perfecto según el dodecaedro, de estructura concoide.
FRACTURA	Frágil.
DUREZA	3,5 a 4 Mohs
PESO ESPECÍFICO	3.9 a 4.2

Fuente: Los minerales de Bolivia y sus Parajes ed. 1998

Tabla II-2
Cuantificación Química del Sulfuro Polimetálico (Blenda)

PARAMETRO	UNIDAD	RESULTADO
Zn	%	49,88
S	%	27,10
Fe	%	4,40
Ag	%	0,19
Pb	%	0,11
Inertes	%	18,32

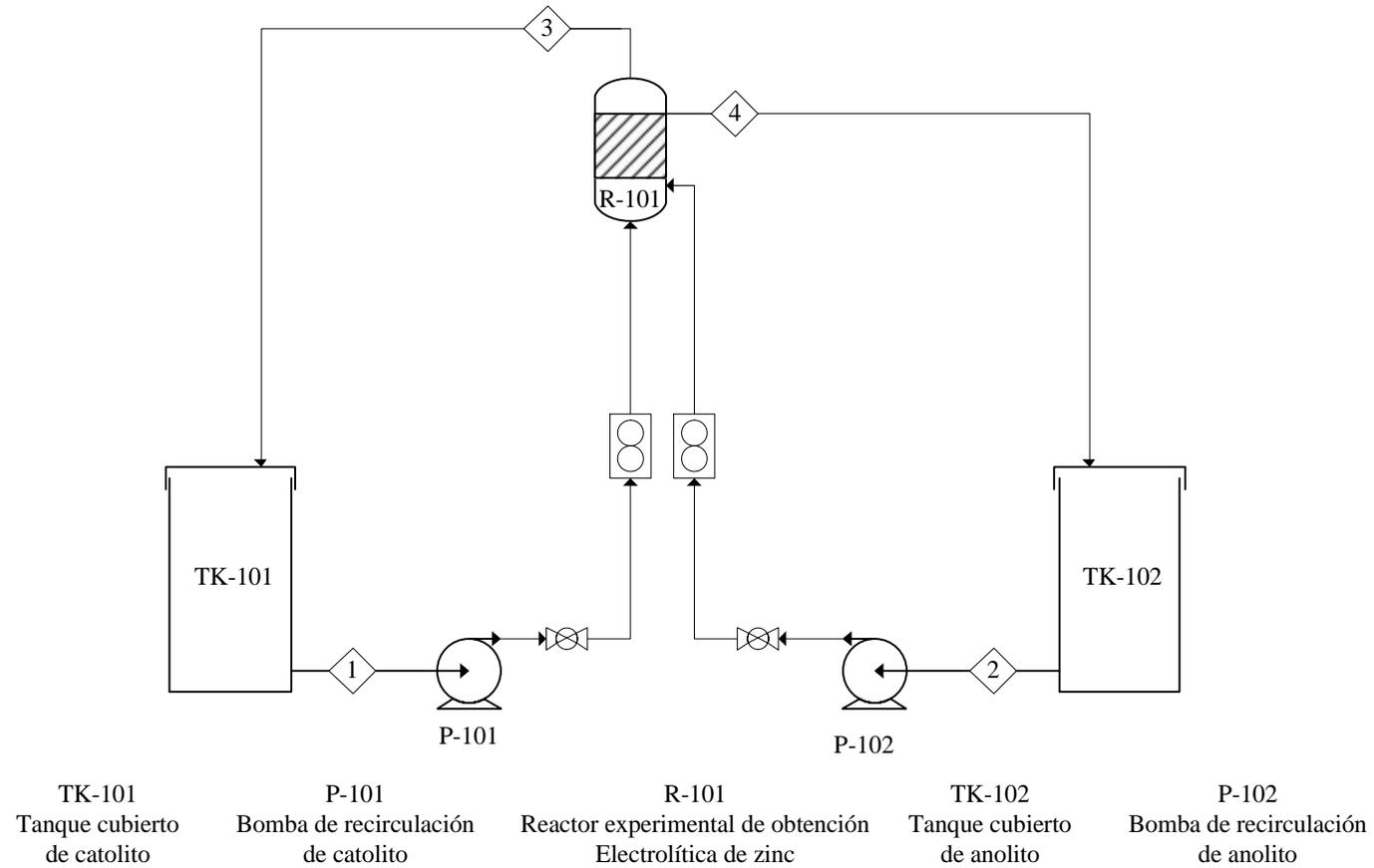
Fuente: Laboratorio Químico Castro Código LQC. P18.F01 ed. 2015.

2.2 Descripción del método de investigación.

Para la investigación correspondiente y el alcance del objetivo propuesto del estudio, se diseña y construye un prototipo de obtención electrolítico de zinc, cuyo tipo de operación representa un proceso continuo con recirculación; esto con el fin de demostrar un proceso diferente a lo convencional, en lo que se refiere a la obtención electrolítico de zinc.

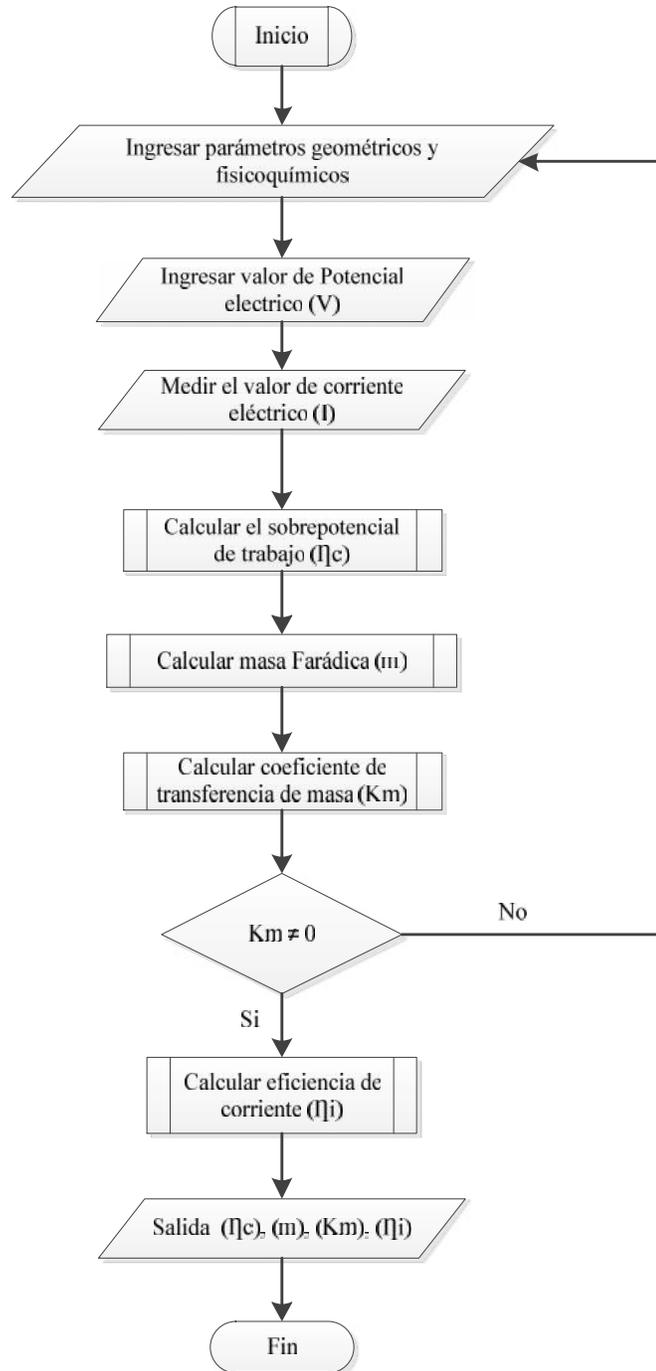
Al mismo tiempo se fija las variables para el diseño factorial experimental para la resolución de las ecuaciones que permite la determinación de variables respuesta.

Figura 2-3
Diagrama Flujo de Proceso (DFP) del sistema experimental.



Fuente: Elaboración propia, UAJMS 2017.

Figura 2-4
Diagrama de flujo que muestra la secuencia para determinar variables respuesta.



Fuente: Elaboración propia, UAJMS 2017.

2.3 Diseño del prototipo experimental.

Para el diseño del prototipo experimental de obtención electrolítico de zinc, se toma en cuenta los elementos más importantes de los cuales consta un reactor electroquímico.

- Solución electrolítica.
- Celda.
- Electrodo.

2.3.1 Preparación de la solución electrolítica.

Para preparar la solución electrolítica se sigue un proceso hidrometalúrgico donde el mineral previamente molido y tostado se trata mediante una disolución selectiva del metal de interés, contenido en el sulfuro polimetálico; en medio acuoso mediante un agente disolvente encargado de realizar la disolución por reacciones redox. Ver Anexo I.

Cuyas condiciones de preparación de la solución electrolítica se presenta en la siguiente tabla:

Tabla II-3
Condiciones para la preparación de la solución electrolítica.

PARÁMETRO	UNIDAD	RESULTADO
Peso de mineral malla 230 ASTM	g	80
Volumen de agua	ml	800
Volumen de H ₂ SO ₄ concentrado	ml	65
Velocidad de agitación	rpm	500
Tiempo de agitación	hr	2
Temperatura	°C	25
Presión	atm	1
pH		0,4

Fuente: *Elaboración propia, UAJMS 2017.*

Figura 2-5
Reactor INFORS para la disolución del metal de interés.

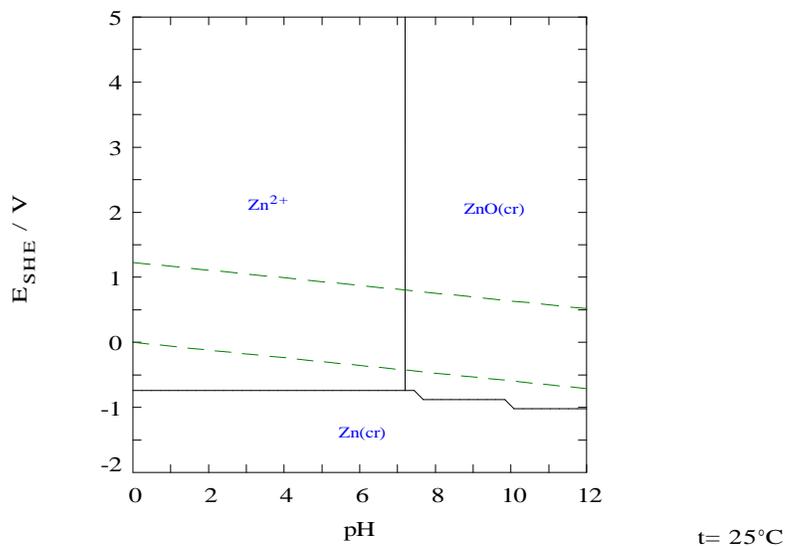


Fuente: Cortesía Laboratorio de Operaciones Unitarias LOU- UAJMS 2017.

Para predecir y establecer la condición de estabilidad o inestabilidad termodinámica de la disolución del mineral se recurre al diagrama de predominancia tipo Pourbaix que permite visualizar gráficamente y establecer la distribución del producto de reacción de hidrólisis.

Dicha preparación de la solución electrolítica acuosa acompañado de las etapas gravimétricas y volumétricas consecutivas para obtener tenores altos de zinc en solución, queda representado en la siguiente figura:

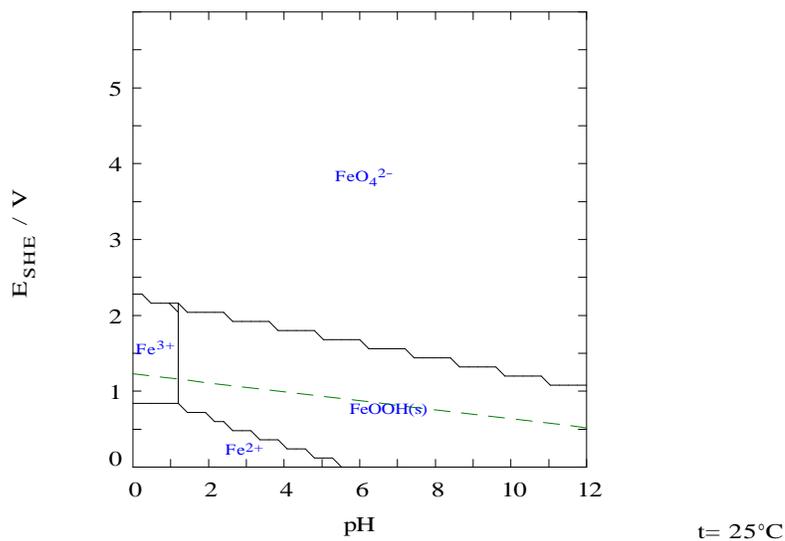
Figura 2-6
 Diagrama de predominancia Eh - pH del sistema Zn - H₂O
 $[\text{Zn}(\text{OH})_2(\text{s})]_{\text{TOT}} = 1.00 \text{ mM}$



Fuente: Elaboración propia, en base a *Chemical equilibrium diagrams MEDUSA 2017*.

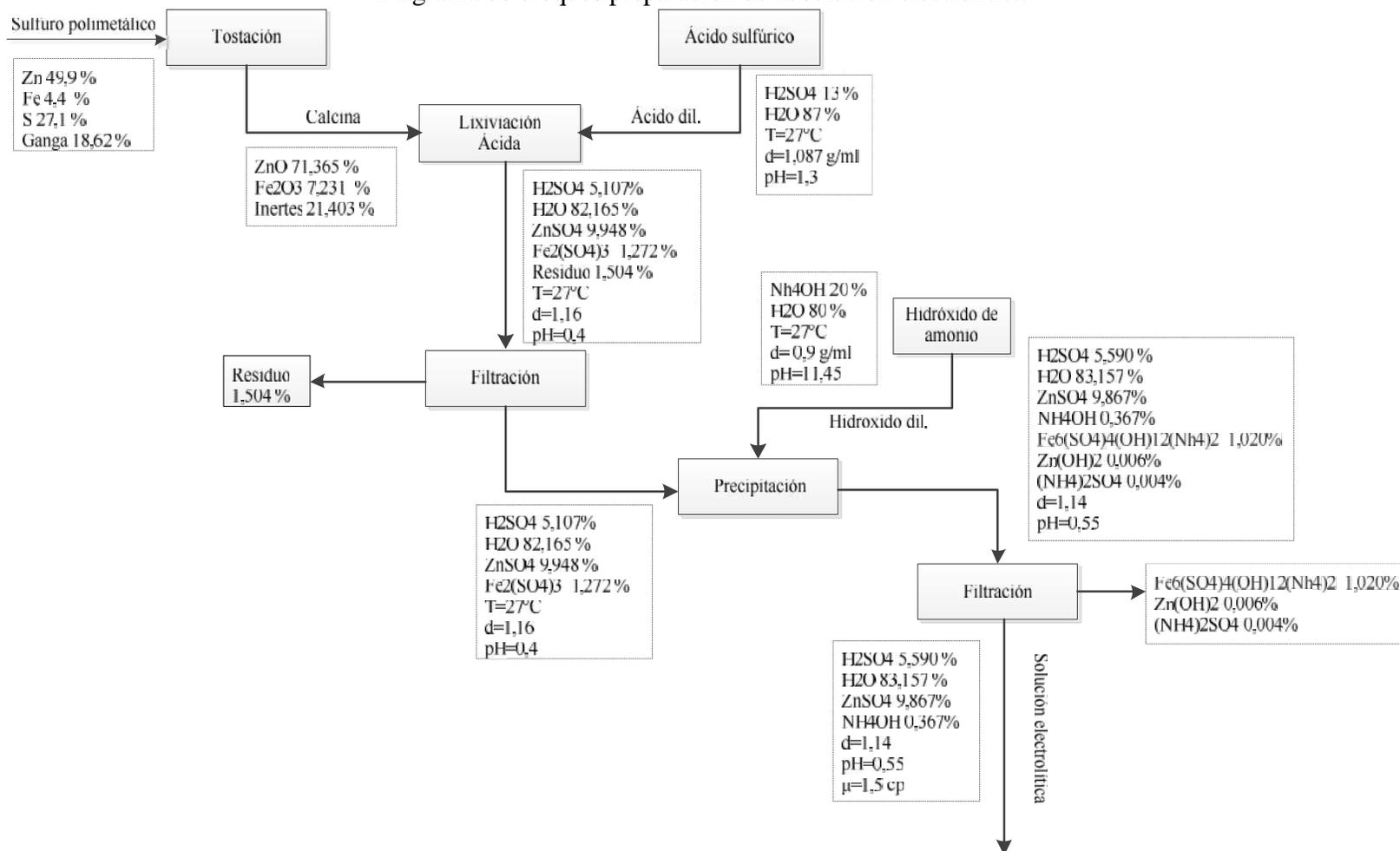
Figura 2-7
 Diagrama de predominancia Eh - pH del sistema Fe - H₂O

$[\text{Fe}(\text{OH})_2(\text{s})]_{\text{TOT}} = 12.00 \text{ mM}$



Fuente: Elaboración propia, en base a *Chemical equilibrium diagrams MEDUSA 2017*.

Figura 2-8
Diagrama de bloques preparación de la solución electrolítica.



Fuente: Elaboración propia, en base a cálculos estequiométricos UAJMS 2017.

La solución electrolítica obtenido es enviada al centro de análisis fisicoquímico de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho, cuyo análisis presenta los siguientes parámetros fisicoquímicos:

Tabla II-4
Características fisicoquímicas de la solución electrolítica.

PARÁMETRO	TÉCNICA DE ENSAYO	UNIDAD	RESULTADO
Zinc disuelto	SM 3500-Zn B	g/l	39,595
Hierro disuelto	SM 3500-Fe B	g/l	2,229
Plomo disuelto	SM 3500-Pb B	mg/l	4,75
Conductividad	SM 2510-B	$\mu\text{S/cm}$	168,7
Viscosidad		cP	1,5
Densidad	NB 34021:07	g/ml	1,136
pH	SM 4500-H-B		0,47

Fuente: Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo "CEANID" 2017.

Figura 2-9
Disolución electrolítico obtenida.



Fuente: Cortesía Laboratorio de Operaciones Unitarias LOU- UAJMS 2017.

Dicha solución rica en zinc, es destinada a un tratamiento mediante electrólisis; en el reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítica de zinc.

2.3.2 Diseño preliminar de la celda.

El diseño de la celda está sujeto según datos preliminares y en base a la escala tecnológica de reactores electroquímicos (Figura 1-2) que caracteriza un tamaño experimental genérico.

Tabla II-5
Datos preliminares de diseño de la celda.

PARÁMETRO	UNIDAD	RESULTADO
Densidad de corriente teórico de obtención de zinc	mA/cm ²	41
Intensidad de corriente para escala experimental	mA	2000
Flujo volumétrico	cm ³ /s	12
Volumen	cm ³	60

Fuente: Elaboración Propia, UAJMS 2017.

Con los datos preliminares se determina el área de electrodo equivalente a:

$$A = \frac{I}{i} = \frac{2000 \text{ mA}}{41 \text{ mA/cm}^2} = 48,780 \text{ cm}^2$$

De tal forma se contempla las siguientes dimensiones internas de los compartimentos de la celda de electrolisis en las que se alojan los electrodos de sección determinada.

Tabla II-6
Dimensiones internas de los compartimentos de la celda.

COMPARTIMENTO	ALTURA L (cm)	BASE B (cm)	ANCHO a (cm)
Anódico	10	5	1,2
Catódico	10	5	1,2
Anódico	10	5	1,2

Fuente: Elaboración Propia, UAJMS 2017.

La celda está compuesta de tres compartimentos, dos de los extremos que alojan a los electrodos terminales y uno en la parte central donde se encuentra el electrodo de trabajo.

2.3.2.1 Parámetros característicos de los compartimentos de la celda.

Los parámetros geométricos característicos de los compartimentos se determinan de

acuerdo a las dimensiones internas que presentan los mismos.

Tabla II-7
Parámetros geométricos de los compartimentos de la celda.

COMPARTIMENTO	DIAMETRO HIDRAULICO d_e (cm)	FACTOR DE CORRECCION	LONGITUD ADIMENSIONAL L_e
Anódico	1,935	0,24	0,194
Catódico	1,935	0,24	0,194
Anódico	1,935	0,24	0,194

Fuente: Elaboración Propia, UAJMS 2017.

2.3.2.2 Dimensionamiento de la placa distribuidor de flujo.

Tabla II-8
Dimensionamiento del distribuidor de flujo de la celda.

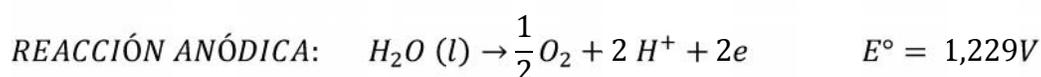
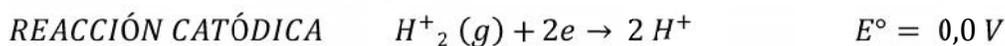
COMPARTIMENTO	ÁREA TOTAL DISTRIBUIDOR A_t (cm ²)	DIÁMETRO DE ORIFICIO d_{or} (cm)	NÚMERO DE ORIFICIOS N_{or}	NÚMERO DE FILAS DE ORIFICIOS N_{for}
Anódico	6	0,18	6	3
Catódico	6	0,18	6	3
Anódico	6	0,18	6	3

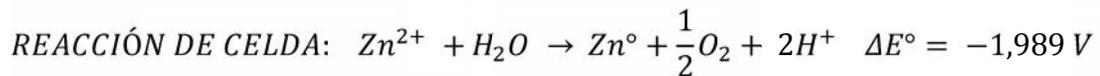
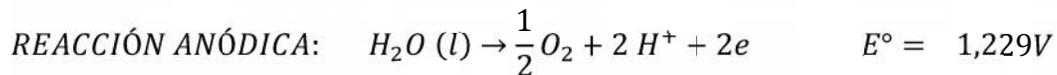
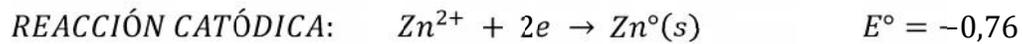
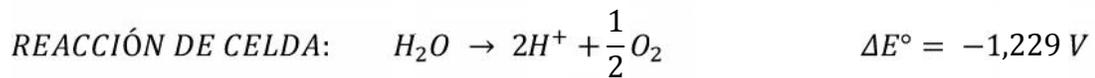
Fuente: Elaboración Propia, UAJMS 2017.

2.3.4 Electrodo o material catalítico.

Desde el punto de vista de la aplicación, los electrodos son los promotores que representan una óptima actividad catalítica, para la reacción de interés y también una alta conductividad eléctrica.

De acuerdo a las reacciones de descomposición teórico tanto de agua como de sulfato de zinc en solución acuoso se tiene:





De lo anterior se puede deducir, que al electrolizar el agua y la solución electrolítica de sulfato de zinc; la descomposición de los mismos puede resultar en productos gaseosos, oxígeno en el ánodo e hidrogeno en el cátodo, cuya eficiencia dependerá del material catalítico a emplear. Además el potencial de celda tiene que oscilar en un valor mucho mayor que 1,989 V esto para invertir la reacción, de esta manera vencer el potencial galvánico y comience la electrolisis.

Esto implica que la selección del material catódico, debe estar conforme al sobrepotencial de hidrogeno sobre el electrodo de trabajo.

Según la figura 1-1 el sobrepotencial de evolución del hidrogeno sobre el material de aluminio es mayor y se requiere una densidad de corriente mínimo para llevar el potencial a un valor bajo, suficiente para realizar la electrodeposición de zinc. Ésto implica que el electrodo de trabajo más conveniente es el aluminio, además de ser un material común y de fácil accesibilidad.

2.4 Materiales utilizados para la construcción del prototipo.

Una vez concluido con el diseño del prototipo, se procede a la construcción del mismo; seleccionando los siguientes materiales:

2.4.1 Material de los compartimentos y el distribuidor de flujo.

Los compartimentos y el distribuidor de flujo de la celda están trabajados en un material

macizo de PTFE (Politetrafluoroetileno) Nylon 6 MGS conocido técnicamente como Teflón, cuyas especificaciones técnicas se detallan en el siguiente cuadro:

Tabla II-9
Propiedades fisicoquímicas de Politetrafluoroetileno.

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS	UNIDAD	NORMA	NYLON 6 MGS
Peso específico	gr/cm ³	DIN 53479 ASTM D792	1,14
Temperatura máxima y mínima	°C	ISO 1183	100
Tensión de ruptura	Mpa	ASTM D695	90
Módulo de elasticidad	Mpa	ASTM D696	1700
Calor específico	J/°Kg		1,7
Punto de fusión	°C	DIN 53461	220
Constante dieléctrica	-	DIN 53483 ASTM D150	3,8
Resistividad eléctrica	ohm/cm ²	DIN 53482 ASTM D257	10 ¹³
Resistencia a ácidos fuertes	-	ASTM D543	NO
Resistencia a bases fuertes	-	ASTM D544	SI

Fuente: MGS Industria y comercio de plásticos Ltda. 2017.

2.4.2 Material de electrodos.

Para la investigación correspondiente, se utiliza una aleación de aluminio metálico, como electrodo de trabajo que presenta las siguientes características fisicoquímicas:

Tabla II-10
Características fisicoquímicas del electrodo de trabajo.

COMPOSICIÓN QUÍMICA DE ALUMINIO									
ALEACIÓN	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
%	0,2	0,35	0,1	0,1	0,45	0,1	0,1	0,1	98,5

PROPIEDADES FÍSICAS DE ALUMINIO				
ALEACIÓN	Densidad (g/cm ³)	Coefficiente de dilatación (1/°C)	Conductividad térmica (W/m °K)	Resistividad 20 °C (ohm/cm ²)
	2,7	23,6	209	2,67

Fuente: Furukawa, PFK 2017.

Como contra electrodo se utiliza plomo metálico, comúnmente este metal no es puro; sino que lleva diferentes aleaciones para una mejor conducción de la electricidad y una mejor aplicación. Presenta las siguientes características:

Tabla II-11
Características fisicoquímicas del contra electrodo.

COMPOSICIÓN QUÍMICA DE PLOMO				
ALEACIÓN	Plata	Calcio	Estroncio	Plomo
%	0,2	0,1	0,2	99,5

PROPIEDADES FÍSICAS DE PLOMO				
ALEACIÓN	Densidad (g/cm³)	Coefficiente de dilatación (1/°C)	Conductividad térmica (W/m °K)	Resistividad 20 °C (ohm/cm²)
	11,34	29*10 ⁻⁶	34,9	20,6

Fuente: BATEBOL, S.A. 2017.

2.4.3 Material de membrana.

El material que se utiliza como membrana de intercambio iónico es un producto sintético con un grado elevado de intercambio de cationes que presenta las siguientes características:

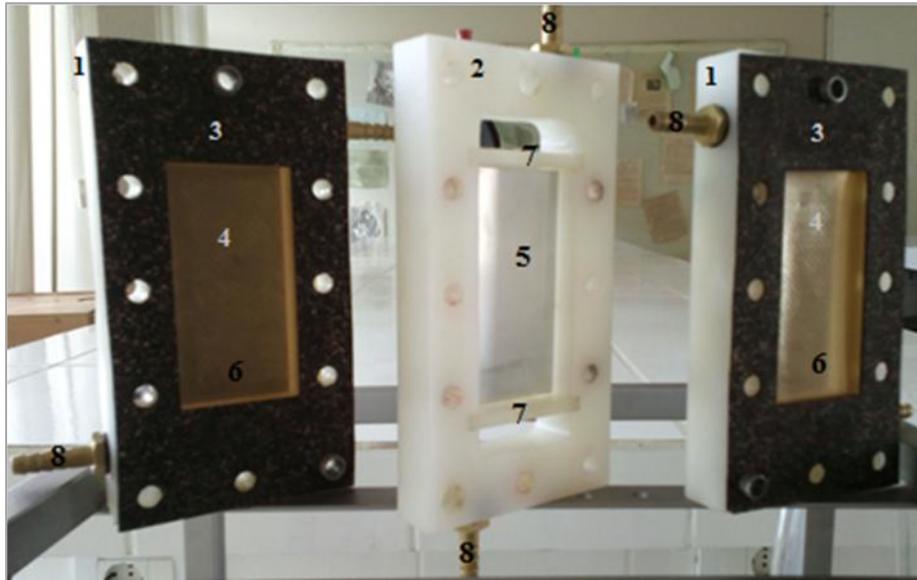
Tabla II-12
Características de la membrana de intercambio catiónico.

TIPO	MEMBRANA DE INTERCAMBIO CATIÓNICO
	GRADO ESPECIAL
	CIMS
CARACTERÍSTICAS	Permselectivo catiónico
RESISTENCIA (ohm cm²)	1,8
FUERZA DE OTURA (MPa)	0,10
ESPESOR (mm)	0,15
APLICACIÓN	Separación de metales Producción de sales
TEMPERATURA	60
pH	0 - 10

Fuente: ASTOM Corporación, Tokio – Japón, 2017.

A continuación se muestra el prototipo del reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítica de zinc.

Figura 2-10
Compartimentos de la celda concluida.



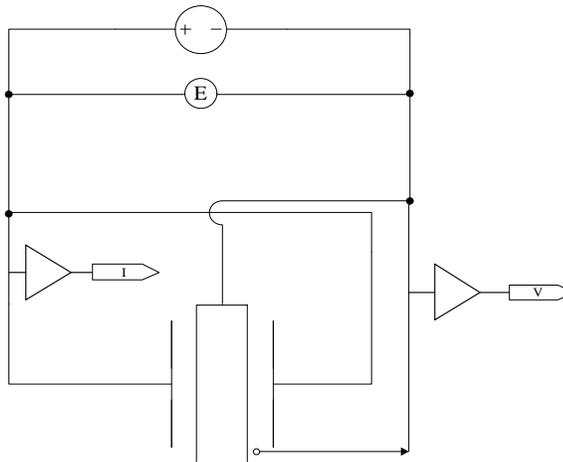
Fuente: Imagen propia, Cortesía Laboratorio de Física UAJMS 2017.

1.- Compartimento anódico 2.- Compartimento catódico 3.- Empaquetadura
4.- Membrana de intercambio iónico 5.- Electrodo de trabajo 6.- Contra electrodo
7.- Distribuidor de flujo 8.- Niple.

2.5 Instalación eléctrica.

La interacción eléctrica en los reactores electroquímicos, experimenta e induce una transformación redox no espontaneo, por la transferencia de electrones en el electrodo, por lo que una fuente de alimentación de corriente continua es muy importante para tal efecto. Además para el control exacto del electrodo de trabajo la instalación eléctrica del reactor consta de un electrodo adicional de referencia que permite fijar el potencial en el electrodo de trabajo.

Figura 2-11
Conexión eléctrica del sistema experimental.



Fuente: Elaboración Propia, UAJMS 2017.

Figura 2-12
Montaje del sistema experimental.



Fuente: Toma Propio Cortesía Laboratorio de Física - UAJMS 2017.

- 1.- Fuente de corriente continua 2.- Multímetro analógico 3.- Multímetro digital
4.- Reactor electroquímico tipo filtro prensa 5.- Electrodo de referencia
6.- Reservorio de electrolito 7.- Bomba eléctrica de doce voltios.

2.6 Diseño factorial del experimento.

2.6.1 Factores en estudio.

Hipotéticamente el diseño factorial se basa en una serie de pruebas mediante cambios en variables de entrada del proceso para comprobar e identificar la influencia de las mismas en la respuesta de salida. Para el caso del estudio se selecciona los siguientes factores:

Tabla II-13
Factores de diseño en estudio.

NIVEL	CORRIENTE ELÉCTRICA I (A)	TIEMPO DE ELECTRÓLISIS (s)	CAUDAL (cm ³ /s)
-	1,8	1800	8
+	2	2400	12

Fuente: *Elaboración propia, UAJMS 2017.*

Identificado los factores en estudio se realiza un diseño factorial de 2³ o sea (2 niveles y 3 factores), que presenta las siguientes combinaciones:

Tabla II-14
Matriz de diseño con unidades codificadas de los factores en estudio.

N° ENSAYOS	CORRIENTE ELÉCTRICA I (A)	TIEMPO DE ELECTRÓLISIS t (s)	CAUDAL Q (cm ³ /s)
1	-	-	-
2	+	-	-
3	-	+	-
4	+	+	-
5	-	-	+
6	+	-	+
7	-	+	+
8	+	+	+

Fuente: *Elaboración propia, UAJMS 2017.*

Cada ensayo presenta su respectiva réplica, por lo tanto se tiene 16 unidades experimentales.

Una vez instalado el prototipo experimental, se ajusta el flujo volumétrico para el

nivel requerido y también el voltaje aplicado mediante un potencióstato. La intensidad de corriente se monitorea con un multímetro analógico; el potencial de electrodo de trabajo se determina mediante el uso de un tercer electrodo, llamado de referencia, con estos datos operacionales y trabajando a un determinado tiempo se procede con las pruebas y su respectiva replica para cada ensayo.

Tabla II-15
Diseño factorial 2^3 con niveles operativos de los factores y su réplica.

NÚMERO DE ENSAYOS	CORRIENTE ELÉCTRICA I (A)	TIEMPO DE ELECTRÓLISIS t (s)	CAUDAL Q (cm ³ /s)
1a	1,8	1800	8
2a	2	1800	8
3a	1,8	2400	8
4a	2	2400	8
5a	1,8	1800	12
6a	2	1800	12
7a	1,8	2400	12
8a	2	2400	12
1b	1,8	1800	8
2b	2	1800	8
3b	1,8	2400	8
4b	2	2400	8
5b	1,8	1800	12
6b	2	1800	12
7b	1,8	2400	12
8b	2	2400	12

Fuente: *Elaboración propia, UAJMS 2017.*

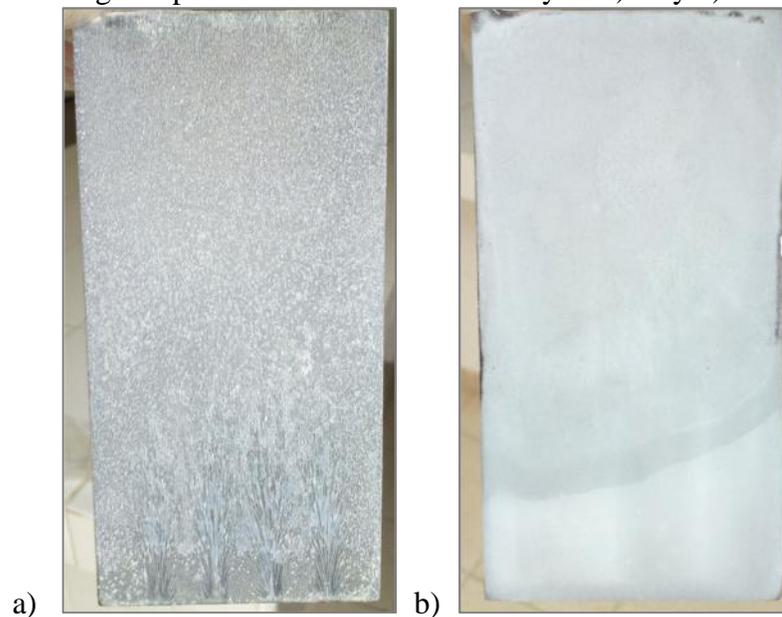
Para cada ensayo se obtiene una cantidad de producto electrodepositado, el cual es determinado experimental y teóricamente.

CAPÍTULO III
RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Resultados obtenidos.

El análisis cualitativo inicial de la electrodeposición obtenido de acuerdo a los ensayos, a un nivel menor y a un nivel mayor, muestra un efecto significativo, cuyo resultado se hace evidente con el aspecto que presentan los depósitos; tal cual muestra la figura 3-1. Donde se puede observar, cualitativamente las líneas de flujo que hace más notable en comparación del uno y el otro; y su aspecto morfológico electrodepositado se puede diferenciar con la aspereza que presentan los mismos.

Figura 3-1
Morfología depósitos obtenidos de los ensayos. a) 4a y b) 8a.



Fuente: Toma propia, Cortesía Laboratorio de Física U.A.J.M.S. 2017.

Para el análisis cuantitativo de los depósitos obtenidos de cada ensayo y su respectiva réplica se hace notar mediante una variable respuesta como un parámetro operacional característico de los reactores electroquímicos como la eficiencia de corriente.

Cuantitativamente los valores obtenidos se determinan aplicando la ecuación (1-11) y (1-28) respectivamente.

A continuación se detalla en la tabla III-1 los resultados obtenidos.

Tabla III-1.
Resultados obtenidos de cada combinación y su respectiva réplica.

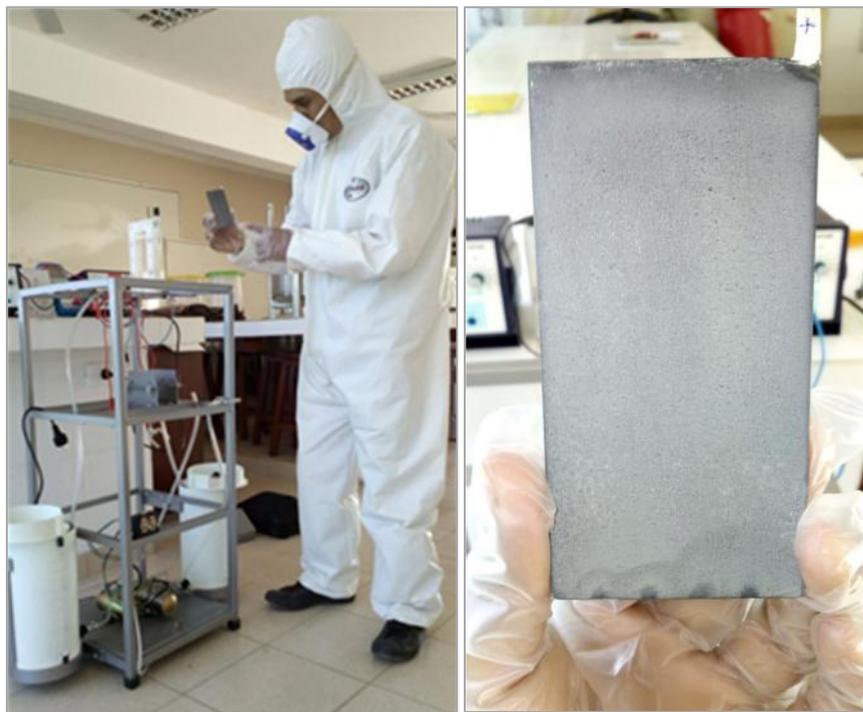
NÚMERO DE ENSAYOS	VARIABLES DE ENTRADA			VARIABLE RESPUESTA		
	CORRIENTE ELÉCTRICA I (A)	TIEMPO DE ELECTRÓLISIS t (s)	CAUDAL Q (cm ³ /s)	MASA REAL DEPOSITADO m (g)	MASA TEÓRICO DEPOSITADO m (g)	EFICIENCIA DE CORRIENTE η_i (%)
1a	1,8	1800	8	0,526	1,098	47,944
2a	2	1800	8	0,703	1,220	57,669
3a	1,8	2400	8	0,578	1,464	39,511
4a	2	2400	8	1,074	1,626	66,010
5a	1,8	1800	12	0,666	1,098	60,634
6a	2	1800	12	0,728	1,220	59,654
7a	1,8	2400	12	0,755	1,464	51,556
8a	2	2400	12	0,800	1,626	49,210
1b	1,8	1800	8	0,531	1,098	48,399
2b	2	1800	8	0,727	1,220	59,580
3b	1,8	2400	8	0,608	1,464	41,540
4b	2	2400	8	1,044	1,626	64,196
5b	1,8	1800	12	0,679	1,098	61,891
6b	2	1800	12	0,742	1,220	60,842
7b	1,8	2400	12	0,776	1,464	53,025
8b	2	2400	12	0,794	1,626	48,823

Fuente: Elaboración propia UAJMS 2017.

3.2 Análisis del funcionamiento del reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc a partir de sulfuro polimetálico.

Los experimentos de obtención de zinc que se detallan demostrando la diferencia cualitativa en sus depósitos obtenidos a diferentes niveles, son datos explícitos que permite abordar un análisis cuantitativo y detallado para el diseño definitivo y el funcionamiento apropiado del reactor experimental.

Figura 3-2
Funcionamiento del reactor experimental.



Fuente: Toma propia, Cortesía Laboratorio de Física U.A.J.M.S. 2017.

A continuación se detalla los resultados obtenidos de la aplicación del reactor experimental logrados de acuerdo a las ecuaciones deducidas. Los parámetros utilizados para la resolución de las ecuaciones son los obtenidos experimentalmente tomados como promedio de once valores de cada uno de los ensayos 4a y 4b respectivamente que representan la mayor eficiencia de corriente.

Tabla III-2
Resultados obtenidos de la aplicación del reactor experimental que representa mayor eficiencia.

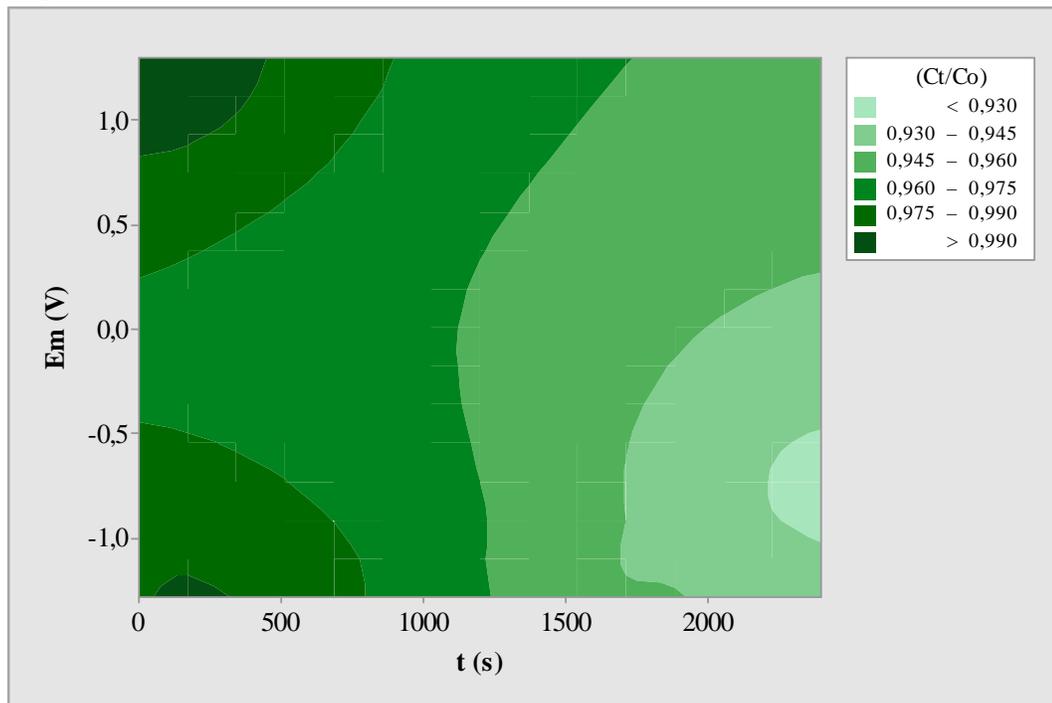
NUMERO DE MEDIDAS	TIEMPO t (s)	POTENCIAL MEDIDIO E_m (V)	CORRIENTE MEDIDO I_m (A)	CONCENTRACION EXPERIMENTAL C(g/l)	CONCENTRACION TEÓRICO C(g/l)
1	0	-1,300	-2,950	32,685	39,595
2	240	-1,280	-2,875	32,489	39,303
3	480	-1,235	-2,775	32,227	39,012
4	720	-1,220	-2,730	31,966	38,724
5	960	-1,170	-2,650	31,770	38,438
6	1200	-1,125	-2,600	31,378	38,154
7	1440	-1,050	-2,475	31,247	37,872
8	1680	-0,965	-2,375	30,855	37,593
9	1920	-0,920	-2,290	30,724	37,315
10	2160	-0,855	-2,200	30,397	37,039
11	2400	-0,765	-2,000	30,070	36,766
NUMERO DE MEDIDAS	PERFIL DE CONC. EXPERIMENTAL (C_t/C_o) adimensional	PERFIL DE CONC. TEÓRICO (C_t/C_o) adimensional	SOBREPOTENCIAL DE ELECTRODO η_c (V)	DENSIDAD DE CORRIENTE i (A/cm ²)	
1	1	1	-0,575	-0,059	
2	0,994	0,993	-0,555	-0,058	
3	0,986	0,985	-0,510	-0,056	
4	0,978	0,978	-0,495	-0,055	
5	0,972	0,971	-0,445	-0,053	
6	0,960	0,964	-0,400	-0,052	
7	0,956	0,956	-0,325	-0,050	
8	0,944	0,949	-0,240	-0,048	
9	0,940	0,942	-0,195	-0,046	
10	0,930	0,935	-0,130	-0,044	
11	0,920	0,929	-0,050	-0,040	

Fuente: Elaboración propia UAJMS 2017.

La variación de la concentración debido a la conversión de reactivo es un parámetro que refleja el funcionamiento del reactor con respecto al tiempo y a un determinado potencial del electrodo de trabajo. La variación de la concentración se determina aplicando la ecuación (1-31) del apartado anterior.

Figura 3-3

Diagrama de contorno, perfil de concentración en función del potencial medido y el tiempo.



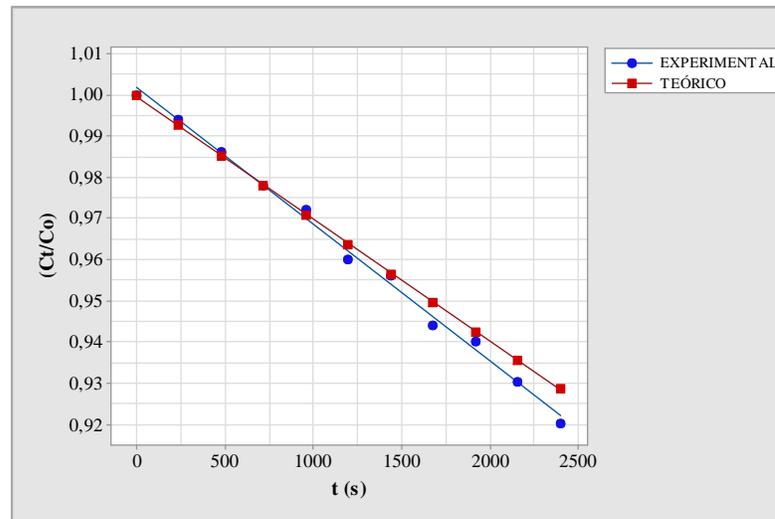
Fuente: Elaboración propia en base a MINITAB- UAJMS 2017.

La figura 3-3 proporciona la variación de la concentración de zinc en la solución electrolítica a la salida del reactor a un determinado tiempo y potencial controlado, es decir, que a un potencial menos negativo que el inicial, la concentración de zinc disminuye en comparación al valor inicial; esto indica y corrobora, que la electrodeposición o la reducción de zinc se efectúan en el orden de -0,7 V.

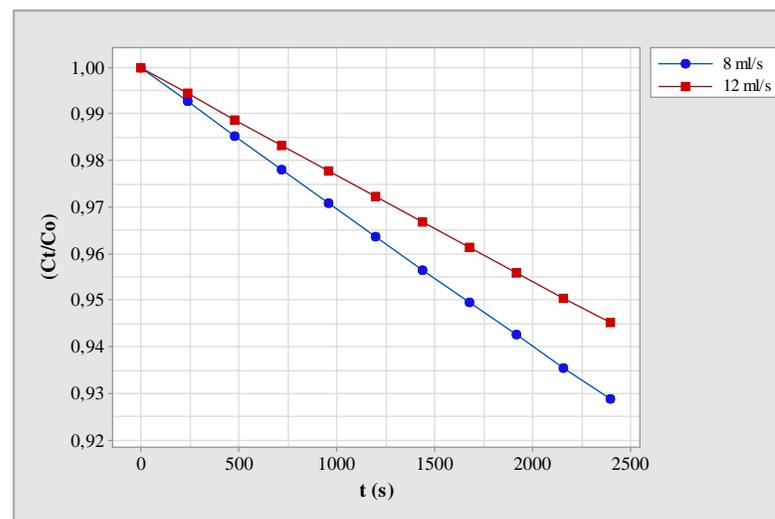
Figura 3-4

Comparación de los perfiles de concentración para: a) experimental y teórico, b) diferentes caudales en base a los datos obtenidos de los ensayos 4a y 4b.

a)



b)



Fuente: Elaboración propia en base a MINITAB- UAJMS 2017.

En la figura 3-4 a) se detalla los perfiles de concentración adimensional con respecto al tiempo comparando entre lo experimental y teórico donde se observa que la discrepancia máxima entre ambos es la diferencia en una centésima. Se hace notar también en la figura 3-2 b) que los perfiles de concentración a diferentes caudales varían respecto al tiempo, en la que se observa que, conforme aumenta el flujo, la conversión es menor a la salida del reactor.

3.3 Análisis de las principales variables que influyen en el reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc, a partir de sulfuro polimetálico.

El parámetro característico que permite una evaluación del reactor en particular es el coeficiente de transferencia de masa que engloba todo los fenómenos hidrodinámicos y su efecto en el mecanismo de transferencia de masa cuyo parámetro se obtiene experimentalmente y con la resolución de las ecuaciones (1-37) y (1-38).

Tabla III-3
Coeficiente de transferencia de masa.

CAUDAL Q (cm ³ /s)	VELOCIDAD FLUIDO v_f (cm/s)	NÚMERO DE REYNOLDS Re	NÚMERO DE SHERWOOD (Sh)	COEFICIENTE DE TRANSFERENCIA DE MASA k_m (cm/s)
6	1	146,581	1,612E+01	5,848E-05
7	1,167	171,011	1,696E+01	6,153E-05
8	1,333	195,491	1,772E+01	6,431E-05
9	1,5	219,871	1,843E+01	6,685E-05
10	1,667	244,301	1,901E+01	6,922E-05
11	1,833	268,731	1,969E+01	7,143E-05
12	2	293,161	2,026E+01	7,351E-05

Fuente: Elaboración propia UAJMS 2017.

Figura 3-5
Flujo hidrodinámico a través de una sección rectangular.

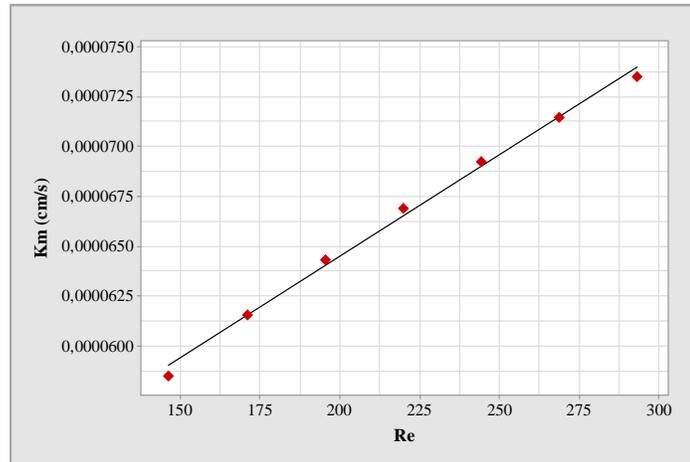


Fuente: Toma propia, Cortesía Laboratorio de Física U.A.J.M.S. 2017.

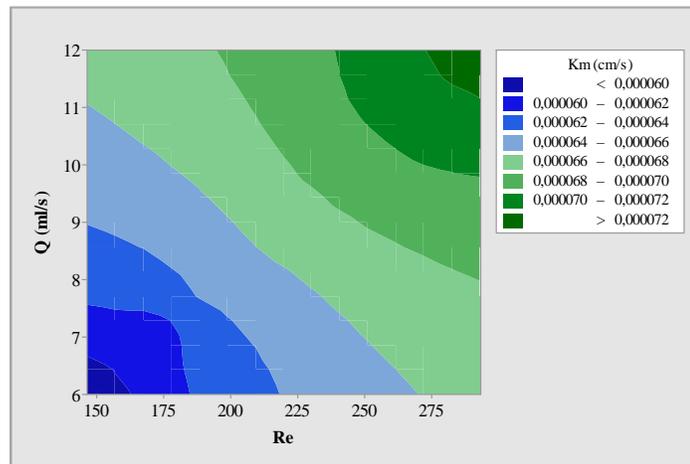
Figura 3-6

Coeficiente de transferencia de masa a) en función del número de Reynolds b) Diagrama de contorno en función de Reynolds y caudal.

a)



b)



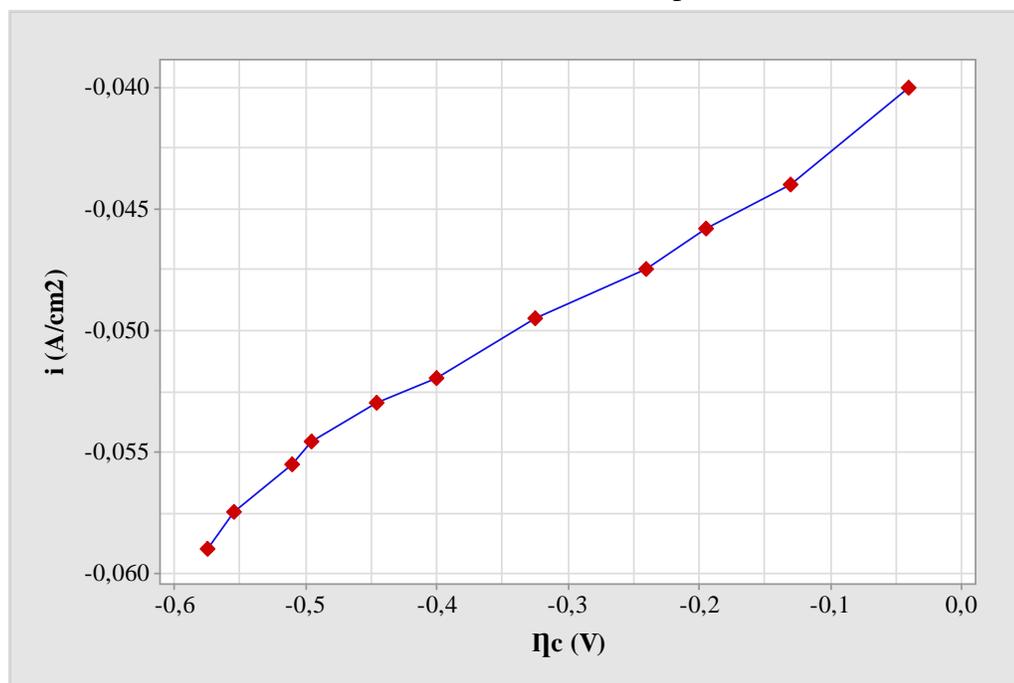
Fuente: Elaboración propia en base a MINITAB- UAJMS 2017.

La figura 3-6 a) proporciona los datos de coeficiente de transferencia de masa en función del número de Reynolds, donde establece que conforme Reynolds aumenta, el valor absoluto de las pendientes va en incremento; corroborando que un cambio en la hidrodinámica ocasiona un cambio en el coeficiente de transferencia de masa. Por otra parte, a través del análisis del gráfico de contorno figura 3-6 b) se observa que a medida incrementa caudal y Reynolds, el coeficiente de transferencia de masa también aumenta. Los valores obtenidos están en el orden de 10^{-5} respectivamente.

Otra variable que influye en el reactor experimental es la densidad de corriente, una variable muy importante que produce una variación en la polarización del cátodo y por consiguiente el valor de penetración.

Los parámetros necesarios para determinar la densidad de corriente se obtiene según característica y geometría del electrodo de trabajo y el control externo de intensidad de corriente que fluye a través del circuito.

Figura 3-7
Densidad de corriente en función del sobre potencial catódico.



Fuente: Elaboración propia en base a MINITAB- UAJMS 2017.

El análisis de la electrodeposición obtenidos del experimento de mayor eficiencia de corriente se representa en la figura 3-7 mediante el efecto significativo de la densidad de corriente y el sobrepotencial catódico donde se observa que el potencial medido inicialmente es más negativo que el potencial medido después de la deposición de zinc, proporcionando una densidad de corriente límite de $0,04 \text{ A/cm}^2$.

3.4 Calidad del producto obtenido del reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc a partir de sulfuro polimetálico.

La calidad del zinc electrolítico es determinado específicamente por la pureza del material obtenido.

El zinc electrolítico obtenido en el reactor experimental tipo filtro prensa es enviado al centro de análisis de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho, cuyo resultado se presenta en la siguiente tabla.

Figura 3-8
Zinc electrolítico obtenido.



Fuente: Toma propia, Cortesía Laboratorio de Física- UAJMS 2017.

Tabla III-4
Resultado del análisis del zinc electrolítico obtenido.

PARÁMETRO	MÉTODO DE ENSAYO	UNIDAD	RESULTADO
Zinc Total	SM 3500-ZnB	%	99,53
Inertes		%	0,47

Fuente: Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo "CEANID" 2017.

3.4 Análisis estadístico del diseño factorial.

El análisis estadístico para el diseño experimental se realiza mediante el uso del paquete computacional SPSS que permite un tratamiento integrado de los datos y resultados confiables y representativos.

3.4.1 Análisis de la varianza.

El análisis de varianza es un proceso muy importante desarrollado por Fisher. La idea es determinar si las discrepancias entre las medias de los tratamientos son mayores dentro de lo que cabría esperar razonablemente que la variación que ocurre dentro de cada tratamiento. Proporciona información sobre las interacciones de las variables, así como su significancia.

Tabla III-5

Datos con unidades codificadas de los factores de entrada y el valor de variable respuesta para el análisis de varianza.

CORRIENTE ELECTRICA I (A)	TIEMPO DE ELECTRÓLISIS t (s)	CAUDAL Q (cm³/s)	EFICIENCIA DE CORRIENTE η_i (%)
-	-	-	47,944
+	-	-	57,669
-	+	-	39,511
+	+	-	66,010
-	-	+	60,634
+	-	+	59,654
-	+	+	51,556
+	+	+	49,210
-	-	-	48,399
+	-	-	59,580
-	+	-	41,540
+	+	-	64,196
-	-	+	61,891
+	-	+	60,842
-	+	+	53,025
+	+	+	48,823

Fuente: Elaboración propia UAJMS 2017.

Los factores de entrada que es representado en la tabla III-5 proporcionan las variables que intervienen en la variable respuesta, además representa el valor codificado de cada nivel y el número de ensayos realizados para cada nivel.

Tabla III-6
Factores inter-sujetos.

		N
Corriente	-	8
	+	8
Tiempo	-	8
	+	8
Caudal	-	8
	+	8

Fuente: Elaboración propia en base a SPSS- UAJMS 2017.

Tabla III-7
Análisis de varianza (ANOVA).

Pruebas de efectos inter-sujetos					
Variable dependiente: Eficiencia					
Origen	Tipo III de suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo corregido	889,734 ^a	6	148,289	17,702	,000
Intersección	47358,900	1	47358,900	5653,548	,000
Corriente	236,268	1	236,268	28,205	,000
Tiempo	114,180	1	114,180	13,630	,005
Caudal	27,004	1	27,004	3,224	,106
Corriente * Tiempo	35,195	1	35,195	4,201	,071
Corriente * Caudal	386,496	1	386,496	46,139	,000
Tiempo * Caudal	90,592	1	90,592	10,815	,009
Error	75,392	9	8,377		
Total	48324,025	16			
Total corregido	965,126	15			
a. R al cuadrado = ,922 (R al cuadrado ajustado = ,870)					

Fuente: Elaboración propia en base a SPSS- UAJMS 2017.

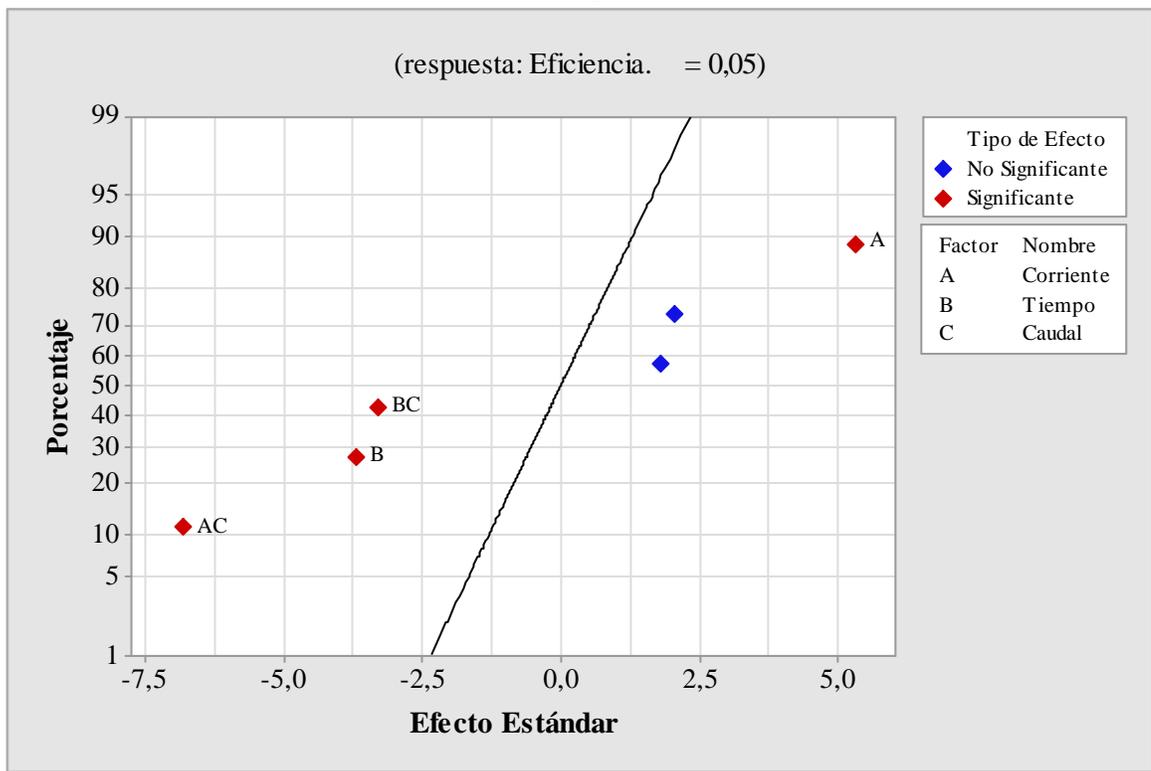
El análisis que presenta la tabla III-6 correspondiente a las pruebas de efectos inter-sujetos, posibilita designar las variables más significantes con una confianza del 95%

y una significancia menor a 5%. Para el presente estudio, el análisis indica que los factores significantes son corriente, tiempo, la interacción corriente*caudal y la interacción tiempo*caudal; mientras que el caudal y la interacción corriente*tiempo no son significativos esto debido a que su significancia es mayor a 0,05.

Sin embargo, para la representación más clara del análisis de varianza, se establece una representación mediante un gráfico normal de los factores más significantes que permite y proporciona en síntesis los efectos más extremos del experimento.

Figura 3-9

Gráfico normal de efecto estándar para Eficiencia de corriente.



Fuente: Elaboración propia en base a MINITAB- UAJMS 2017.

Como se puede observar los efectos más significativos son: corriente, tiempo, la interacción corriente*caudal y la interacción tiempo*caudal.

3.4.2 Análisis de regresión.

El análisis de regresión permite generar un modelo matemático para describir la relación estadística entre las variables de entrada y la variable respuesta también permite predecir nuevas observaciones.

Para el análisis de regresión del presente estudio se introduce las variables corriente, caudal y la interacción entre éstas.

Tabla III-8
Variables introducidas para el análisis de regresión.

Variables introducidas/eliminadas ^a			
Modelo	Variables introducidas	Variables eliminadas	Método
1	Tiempo*Caudal, Corriente*Caudal, Tiempo, Corriente ^b		Introducir
a. Variable dependiente: Eficiencia			
b. Todas las variables solicitadas introducidas.			

Fuente: Elaboración propia en base a SPSS- UAJMS 2017.

Tabla III-9
Resumen del modelo de análisis de regresión.

Resumen del modelo ^b				
Modelo	R	R cuadrado	R cuadrado ajustado	Error estándar de la estimación
1	,926 ^a	,857	,806	3,53669
a. Predictores: (Constante), Tiempo*Caudal, Corriente*Caudal, Tiempo, Corriente				
b. Variable dependiente: Eficiencia				

Fuente: Elaboración propia en base a SPSS- UAJMS 2017.

Tabla III-10
Análisis de varianza para el análisis de regresión.

ANOVA ^a						
Modelo		Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
1	Regresión	827,548	4	206,887	16,540	,000 ^b
	Residuo	137,590	11	12,508		
	Total	965,138	15			
a. Variable dependiente: Eficiencia						
b. Predictores: (Constante), Tiempo*Caudal, Corriente*Caudal, Tiempo, Corriente						

Fuente: Elaboración propia en base a SPSS- UAJMS 2017.

Tabla III-11
Coeficientes del modelo matemático.

Coeficientes ^a								
Modelo		Coeficientes no estandarizados		Coeficientes estandarizados	t	Sig.	Intervalo de confianza de 95.0% para B	
		B	Error estándar	Beta			Límite inferior	Límite superior
1	(Constante)	54,405	,884		61,532	,000	52,459	56,351
	Corriente	3,843	,884	,495	4,346	,001	1,897	5,789
	Tiempo	-2,671	,884	-,344	-3,021	,012	-4,617	-,725
	Corriente*Caudal	-4,915	,884	-,633	-5,559	,000	-6,861	-2,969
	Tiempo*Caudal	-2,380	,884	-,306	-2,691	,021	-4,326	-,434
a. Variable dependiente: Eficiencia								

Fuente: Elaboración propia en base a SPSS- UAJMS 2017.

Los resultados de la regresión indica que las variables Tiempo, Corriente y la interacción Tiempo*Caudal, Corriente*Caudal, son significativos según los valores que presenta su significancia que son menores a 0,05. Dichas variables expresan el 85,7% respecto a la varianza de eficiencia de corriente que proporciona el resumen del modelo representado en la tabla III-9

De acuerdo a los coeficientes que se indica en la tabla III-11, el modelo matemático de la regresión es la siguiente:

$$\text{Eficiencia} = 54,405 + 3,843 \text{ Corriente} - 2,671 \text{Tiempo} - 4,915 \text{Corriente} * \text{Caudal} \\ - 2,380 \text{Tiempo} * \text{Caudal}$$

En base a la ecuación antes mencionada se establece que por cada aumento de un Amperio de corriente, se espera que el porcentaje de eficiencia de corriente aumente en un 3,843%.

3.5 Diseño definitivo del reactor.

De la manera que se llevó acabo el diseño preliminar en el apartado anterior, de la misma forma se prosigue con el diseño definitivo del reactor, recurriendo a los datos experimentales obtenidos para la mejor dimensión geométrica y características que corresponde al trabajo. A continuación se detalla los datos fisicoquímicos para el diseño definitivo del reactor experimental de obtención electrolítico de zinc.

Tabla III-12
Datos experimentales para el diseño definitivo.

PARAMETRO	UNIDAD	RESULTADO
Zinc disuelto (Zn^{2+})	g/l	39,595
Temperatura	T (°K)	298
Viscosidad	μ (g/cm s)	0,015
Densidad	(g/cm ³)	1,136
Cte. Gral. de los gases	R (J/Kmol)	8,31447
Cte. de Faraday	F (C/mol)	96500
Movilidad iónica (Zn^{2+})	u (m ² /sV)	5,47E-08
Intensidad de corriente	A (mA)	2000
Coef. Transf. de masa	k_m (cm/s)	6,431E-05
Densidad de corriente	i (mA/cm ²)	40
Volumen	V (cm ³)	60
Flujo volumétrico	Q (cm ³ /s)	8

Fuente: Elaboración propia, UAJMS 2017.

3.5.1 Cálculo de las dimensiones internas de los compartimentos de la celda.

Según la escala tecnológica de reactores electroquímicos del apartado anterior Figura 1-2 y el valor experimental de densidad de corriente de obtención de zinc, se procede a los cálculos de las dimensiones que caracterizan al reactor experimental tipo filtro prensa de obtención electrolítico de zinc.

Las dimensiones internas de los compartimentos están relacionados con el tamaño o la superficie del electrodo que se determina con la ecuación (1-16).

$$A = \frac{I}{i} \quad (1 - 16)$$

$$A = \frac{2000 \text{ mA}}{40 \frac{\text{mA}}{\text{cm}^2}} = 50 \text{ cm}^2$$

$$A * a = V$$

$$a = \frac{50 \text{ cm}^3}{50 \text{ cm}^2} = 1,2 \text{ cm}$$

Por lo tanto las dimensiones internas del compartimento de la celda presentan los siguientes valores:

Tabla III-13
Dimensiones internos de los compartimentos de la celda para diseño final.

COMPARTIMENTO	ALTURA L (cm)	BASE B (cm)	ANCHO A (cm)
Anódico	10	5	1,2
Catódico	10	5	1,2
Anódico	10	5	1,2

Fuente: Elaboración propia, UAJMS 2017.

3.5.2 Cálculo de los parámetros geométricos característicos de los compartimentos.

Los parámetros geométricos característicos de los compartimentos se determinan de acuerdo a las dimensiones internas que presentan los mismos aplicando la ecuación

(1-45).

$$d_e = \frac{4Ba}{2B + 2a} \quad (1 - 45)$$

$$d_e = \frac{4 * 5cm * 1,2cm}{2 * 5cm + 2 * 1,2cm} = 1,935 \text{ cm}$$

El régimen de flujo en el reactor se determina tomando en cuenta el caudal de alimentación correspondiente a la parte experimental que representa la mayor eficiencia y para el compartimento anódico se toma en cuenta los parámetros fisicoquímicos del electrolito soporte (Anolito) ver Anexo II. Aplicando la ecuación (1-46) y (1-34) se tiene:

$$v = \frac{Q}{Ba} \quad (1 - 46)$$

$$v = \frac{Q}{Ba} = \frac{8 \frac{cm^3}{s}}{5cm * 1,2cm} = 1,333 \frac{cm}{s}$$

$$Re = \frac{vd_e\rho}{\mu} \quad (1 - 34)$$

$$Re = \frac{1,333 \frac{cm}{s} * 1,935cm * 1,136 \frac{g}{cm^3}}{0,015 \frac{g}{cm * s}} = 195,441$$

La expresión del factor de corrección geométrico para flujo laminar totalmente desarrollado se determina con la ecuación (1-43).

$$\gamma = \frac{a}{B} \quad (1 - 43)$$

$$\gamma = \frac{1,2cm}{5cm} = 0,24$$

El valor de longitud adimensional se determina a partir de la ecuación (1-44)

$$L_e = \frac{d_e}{L} \quad (1 - 44)$$

$$L_e = \frac{1,935cm}{10cm} = 0,194$$

Adicionalmente se determina la caída de presión en el reactor aplicando la figura 1-4

Para una velocidad de flujo de 1,333cm/s, la figura indica un $\Delta P = 0,012 \text{ bar}$ o su equivalente a 1200 Pa.

Tabla III-14

Parámetros geométricos de los compartimentos de la celda para diseño final.

COMPARTIMENTO	DIÁMETRO HIDRÁULICO de (cm)	FACTOR DE CORRECCIÓN	LONGITUD ADIMENSIONAL L_e
Anódico	1,935	0,24	0,194
Catódico	1,935	0,24	0,194
Anódico	1,935	0,24	0,194

Fuente: *Elaboración Propia, UAJMS 2017.*

3.5.3 Cálculo de dimensiones de la placa distribuidor de flujo.

La placa del distribuidor de flujo presenta un área total igual a la base por la anchura que muestra la dimensión interna del reactor que es determinado aplicando la siguiente ecuación:

$$A_{td} = B * a$$

$$A_{td} = 5cm * 1,2cm = 6cm^2$$

La velocidad en los orificios se determina aplicando la ecuación (1-47).

$$v_{or} = \zeta_{or} \left(\frac{2\Delta P_d}{\rho_f} \right)^{1/2} \quad (1 - 47)$$

$$\Delta P_d = 0.3\Delta P \quad (1 - 48)$$

$$\Delta P_d = 0.3 * 1200 Pa = 360Pa$$

$$v_{or} = 0,7 \left(\frac{2 * 360Pa}{1136 \frac{kg}{m^3}} \right)^{1/2} = 0,557728 \frac{m}{s} = 55,728 \frac{cm}{s}$$

Para un diámetro específico (0,15 cm) de la placa distribuidor, el número de orificios se calcula aplicando la ecuación (1-49).

$$\frac{v}{v_{or}} = \frac{\pi d_{or}^2}{4 Ba} N_{or} \quad (1 - 49)$$

$$N_{or} = \frac{4 * 5cm * 1,2cm}{3,14 * 0,15^2 cm^2} \frac{1,333 \frac{cm}{s}}{55,728 \frac{cm}{s}} = 8$$

$$N_{for} = \frac{\gamma}{N_{or}} 100 * s \quad (1 - 50)$$

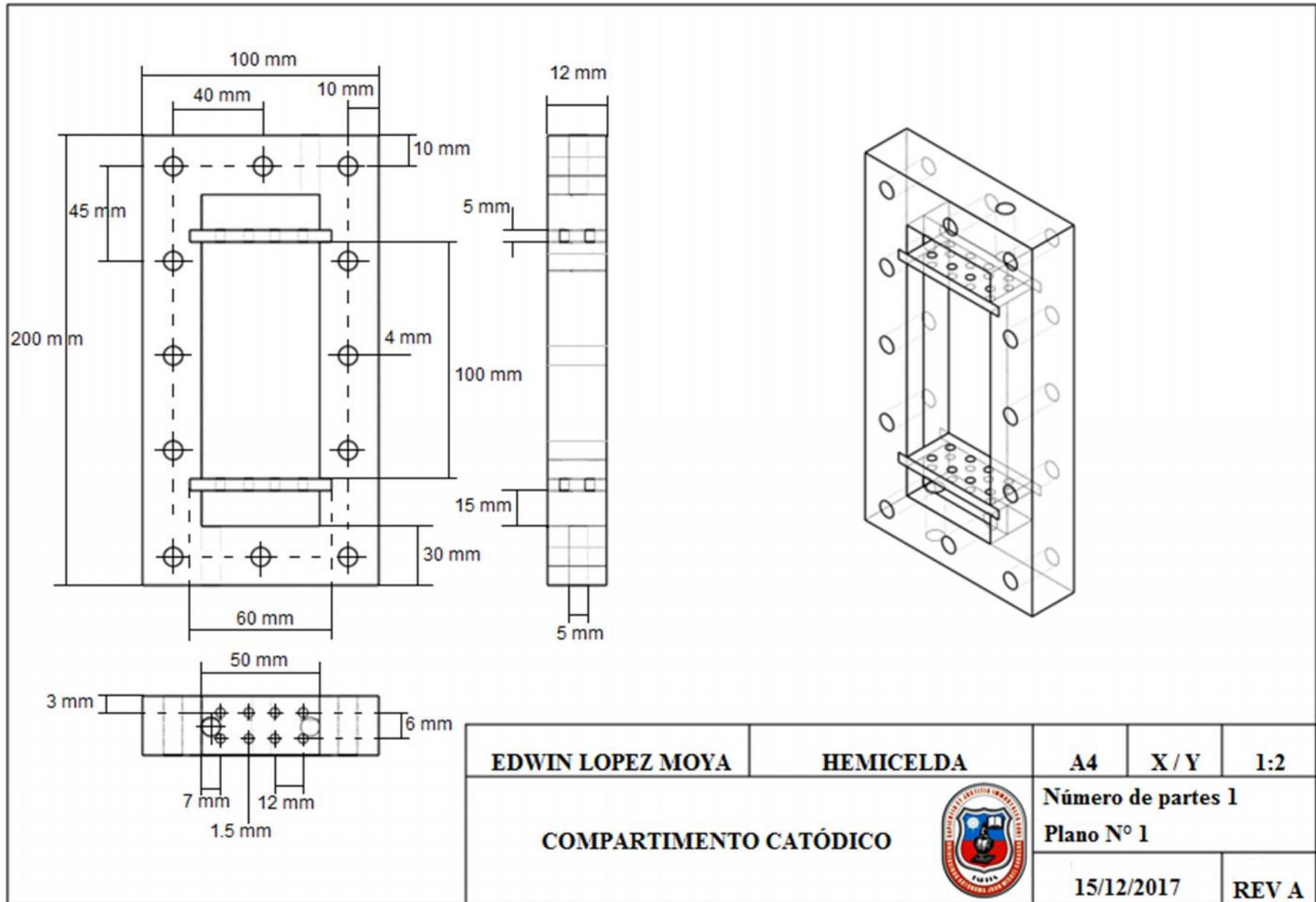
$$N_{for} = \frac{0,24}{8} 100 * 0,8 = 2$$

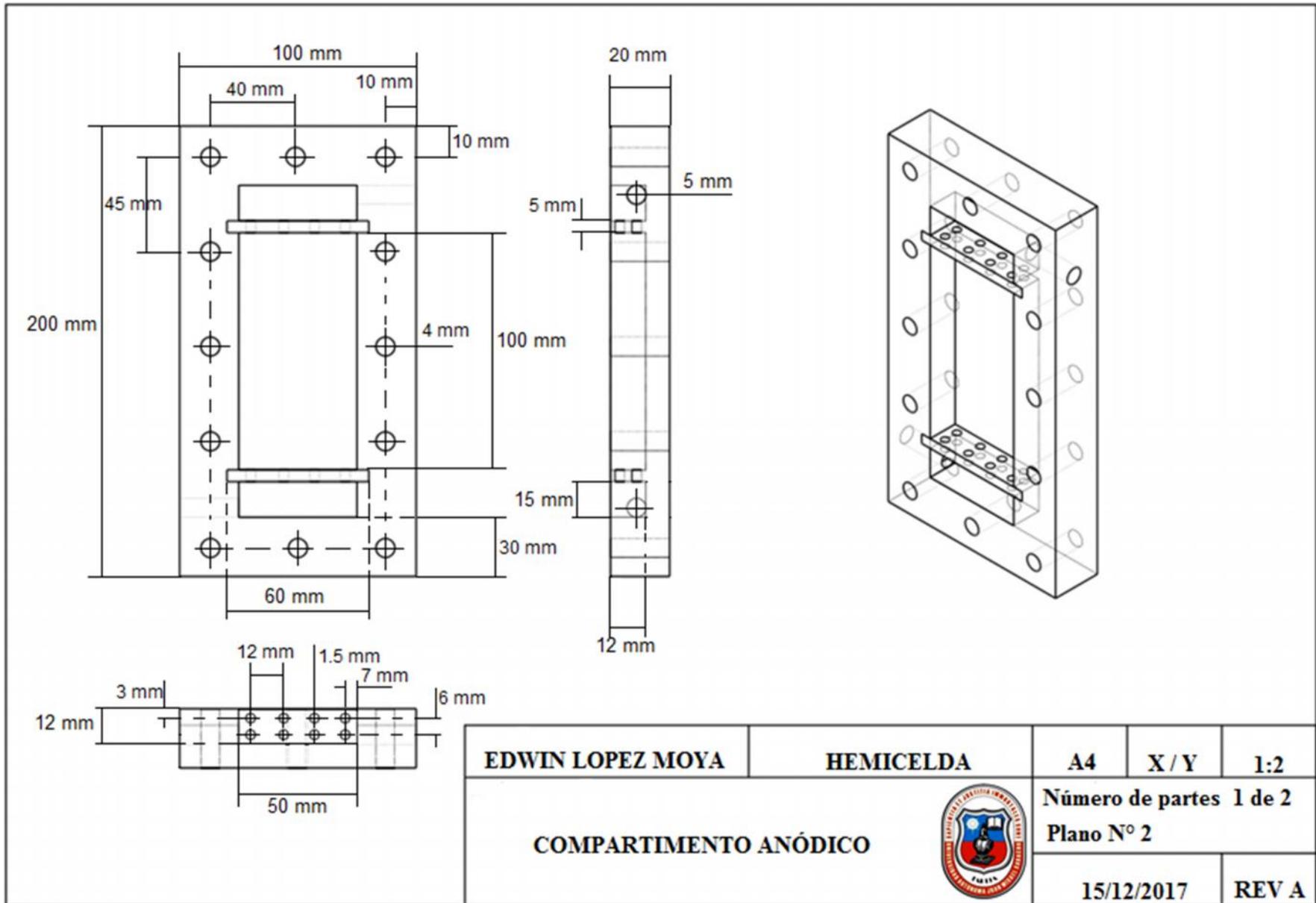
Tabla III-15

Dimensionamiento del distribuidor de flujo de la celda para diseño final.

COMPARTIMENTO	ÁREA TOTAL DISTRIBUIDOR $A_{td} (cm^2)$	DIÁMETRO DE ORIFICIO $d_{or} (cm)$	NÚMERO DE ORIFICIOS N_{or}	NÚMERO DE FILAS DE ORIFICIOS N_{for}
Anódico	6	0,15	8	2
Catódico	6	0,15	8	2
Anódico	6	0,15	8	2

Fuente: Elaboración Propia, UAJMS 2017.





3.6 Especificaciones técnicas del reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc.

Las especificaciones técnicas del reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc, asumiendo condiciones de operación estacionaria se detalla en la siguiente tabla.

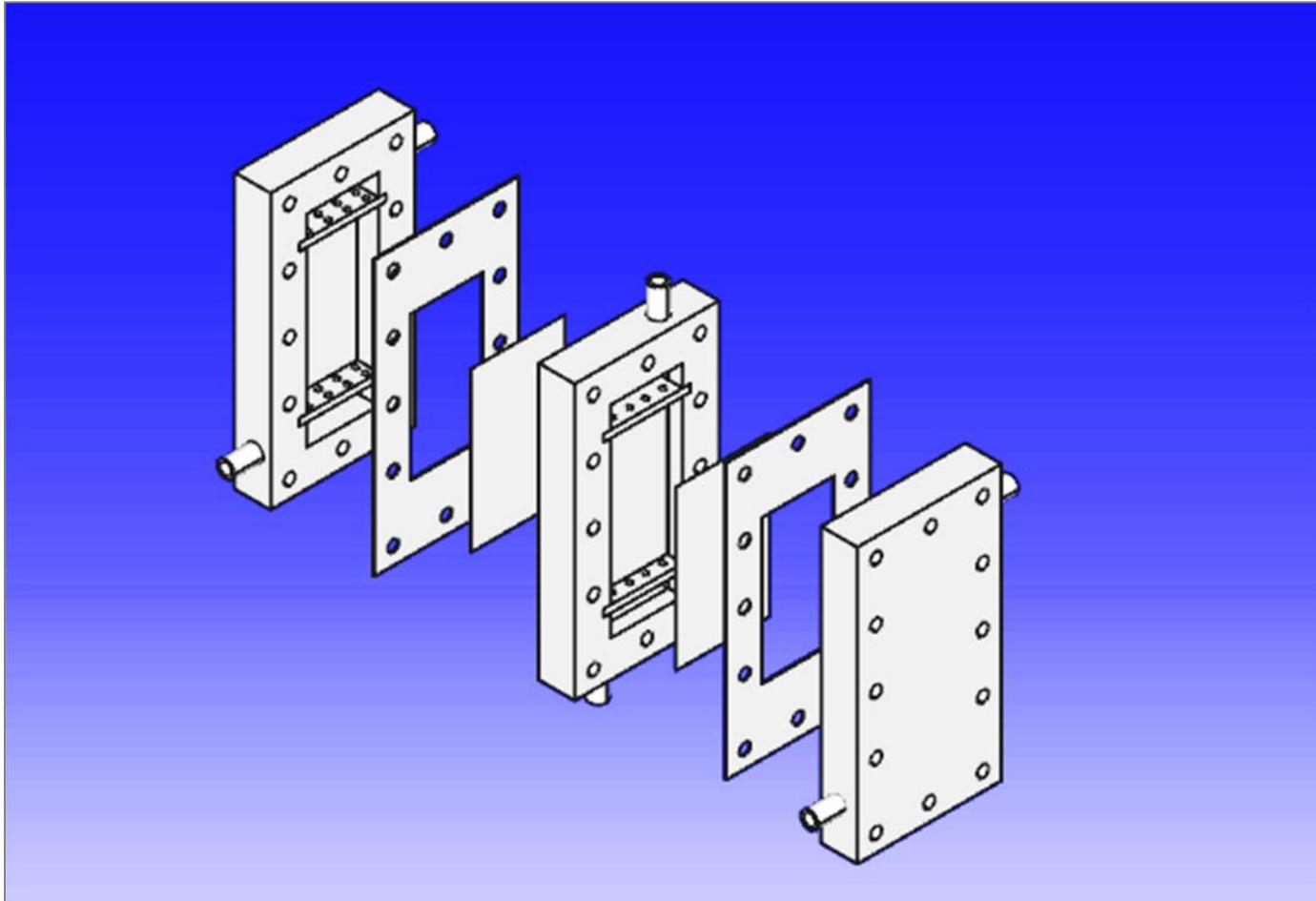
Tabla III-16

Especificaciones del reactor experimental tipo filtro prensa para obtención electrolítico de zinc.

ESPECIFICACIONES DEL REACTOR EXPERIMENTAL		
PARÁMETRO	VALOR	UNIDAD
Altura	10	cm
Base	5	cm
Ancho	1,2	cm
Área del electrodo	50	cm ²
Diámetro hidráulico	1,935	cm
Factor de corrección	0,24	und
Longitud adimensional	0,194	und
Área total del distribuidor	6	cm ²
Diámetro del orificio distribuidor	0,15	cm
Número de orificios distribuidor	8	und
Número de filas de orificios distribuidor	2	und
VARIABLES OPERATIVAS DEL REACTOR EXPERIMENTAL		
PARÁMETRO	VALOR	UNIDAD
Potencial aplicado	4,5	V
Densidad de corriente	40	mA/cm ²
Concentración del catolito	0,606	mol/l
pH del catolito	0,5	-
Caudal	8	cm ³ /s
Tiempo	2400	s

Fuente: Elaboración propia, UAJMS 2017.

Figura 3-10
Despiece del reactor experimental tipo filtro prensa de obtencion electrolítico de zinc.



Fuente: Elaboración propia UAJMS 2017.

Tabla III-17
Análisis económico del proyecto.

ANÁLISIS ECONÓMICO					
PROYECTO	"Diseño y construcción de un reactor experimental tipo filtro prensa de obtención electrolítico de zinc"				
ACTIVIDAD	Construcción "Compartimento Anódico 1"				
MONEDA	Bs.				
MATERIALES					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Placa de teflón e 20 mm	m ²	0,02	10000	200
2	Placa de teflón e 5 mm	m ²	0,00144	4000	5,76
3	Electrodo de plomo e 1mm	kg	0,25	1000	250
4	Empaquetadura e 1mm	m ²	0,02	1000	20
5	pernos de apriete	pza	4	3	12
6	niple 1/4 "	pza	2	16	32
7	banana hembra	pza	1	5	5
8	Oring	pza	2	1,5	3
TOTAL MATERIALES					527,8
MANO DE OBRA					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Tornero	Hr	6	16,67	100,02
2	Fresador	Hr	6	20,8	124,8
3	Ayudante	Hr	6	8,58	51,48
TOTAL MANO DE OBRA					276,3
MAQUINARIA Y HERRAMIENTAS					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Torno	Hr	6	80	480
2	Fresa	Hr	6	110	660
TOTAL MAQUINARIA Y HERRAMIENTAS					1140
GASTOS GENERALES					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Bomba eléctrica 12 V	pza	1	320	320
2	Tanque receptor	pza	1	60	60
3	Tubo de PV	m	2	5	10
TOTAL GASTOS GENERALES					390
GASTOS DE INGENIERIA (PERSONAL CALIFICADO)					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Consultor (Doc. Materia)	Hr	26	30,00	780
2	Investigador (Universitario)	Hr	280	21,00	5880
3	Auxiliar de laboratorio	Hr	26	7,16	186
TOTAL GASTOS DE INGENIERIA					6846,16
TOTAL COSTO UNITARIO					9180,2

ANÁLISIS ECONÓMICO					
PROYECTO	"Diseño y construcción de un reactor experimental tipo filtro prensa de obtención electrolítico de zinc"				
ACTIVIDAD	Construcción "Compartimento Anódico 2"				
MONEDA	Bs.				
MATERIALES					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Placa de teflón e 20 mm	m ²	0,02	10000	200
2	Placa de teflón e 5 mm	m ²	0,00144	4000	5,76
3	Electrodo de plomo e 1mm	kg	0,25	1000	250
4	Empaquetadura e 1mm	m ²	0,02	1000	20
5	pernos de apriete	pza	4	3	12
6	niple 1/4 "	pza	2	16	32
7	banana hembra	pza	1	5	5
8	Oring	pza	2	1,5	3
TOTAL MATERIALES					527,8
MANO DE OBRA					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Tornero	Hr	6	16,67	100,02
2	Fresador	Hr	6	20,8	124,8
3	Ayudante	Hr	6	8,58	51,48
TOTAL MANO DE OBRA					276,3
MAQUINARIA Y HERRAMIENTAS					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Torno	Hr	6	80	480
2	Fresa	Hr	6	110	660
TOTAL MAQUINARIA Y HERRAMIENTAS					1140
GASTOS GENERALES					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Bomba eléctrica 12 V	pza	1	320	320
2	Tanque receptor	pza	1	60	60
3	Tubo de PV	m	2	5	10
TOTAL GASTOS GENERALES					390
GASTOS DE INGENIERIA (PERSONAL CALIFICADO)					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Consultor (Doc. Materia)	Hr	26	30,00	780
2	Investigador (Universitario)	Hr	280	21,00	5880
3	Auxiliar de laboratorio	Hr	26	7,16	186
TOTAL GASTOS DE INGENIERIA					6846,16
TOTAL COSTO UNITARIO					9180,2

ANÁLISIS ECONÓMICO					
PROYECTO	"Diseño y construcción de un reactor experimental tipo filtro prensa de obtención electrolítico de zinc"				
ACTIVIDAD	Construcción "Compartimento Catódico"				
MONEDA	Bs.				
MATERIALES					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Placa de teflón e 20 mm	m ²	0,02	10000	200
2	Placa de teflón e 5 mm	m ²	0,00144	4000	5,76
3	Electrodo de Aluminio e 1mm	kg	0,25	1000	250
4	Membrana catiónico	m ²	0,04	3500	140
5	Empaquetadura e 1mm	m ²	0,02	1000	20
6	pernos de apriete	pza	4	3	12
7	niple 1/4 "	pza	2	16	32
8	banana hembra	pza	1	5	5
9	Oring	pza	2	1,5	3
COSTO TOTAL MATERIALES					667,8
MANO DE OBRA					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Tornero	Hr	6	16,67	100,02
2	Fresador	Hr	6	20,8	124,8
3	Ayudante	Hr	6	8,58	51,48
COSTO TOTAL MANO DE OBRA					276,3
MAQUINARIA Y HERRAMIENTAS					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Torno	Hr	6	80	480
2	Fresa	Hr	6	110	660
TOTAL MAQUINARIA Y HERRAMIENTAS					1140
GASTOS GENERALES					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Electrodo de Referencia Ag/AgCl	pza	2	220	440
2	Bomba eléctrica 12 V	pza	1	320	320
3	Tanque receptor	pza	1	60	60
TOTAL GASTOS GENERALES					820
GASTOS DE INGENIERIA (PERSONAL CALIFICADO)					
	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	CANTIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO PARCIAL
1	Consultor (Doc. Materia)	Hr	26	30,00	780
2	Investigador (Universitario)	Hr	290	21,00	6090
3	Auxiliar de laboratorio	Hr	26	7,16	186
TOTAL GASTOS DE INGENIERIA					7056
TOTAL COSTO UNITARIO					9960,2

ANÁLISIS ECONÓMICO			
PRESUPUESTO GENERAL DE OBRA			
MONEDA Bs.			
ÍTEM	DESCRIPCIÓN	PRECIO UNITARIO NUMERAL	PRECIO UNITARIO LITERAL
1	Construcción "compartimento anódico 1"	9180,22	Nueve mil ciento ochenta 22/100
2	Construcción "compartimento anódico 2"	9180,22	Nueve mil ciento ochenta 22/100
3	Construcción "compartimento catódico"	9960,22	Nueve mil novecientos sesenta 22/100
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
PRECIO TOTAL		28320,66	Veintiocho mil treientos veinte 66/100

CAPÍTULO IV
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 Conclusiones.

Se diseñó y construyó un reactor experimental tipo filtro prensa de obtención electrolítico de zinc con los mejores parámetros experimentales de tres compartimentos, un importante compartimento central que aloja al electrodo de trabajo con un volumen de 60 cm^3 .

La disolución electrolítica que se alimenta al compartimento catódico del reactor experimental, se preparó a partir de sulfuro polimetálico, cuya concentración obtenido es de $39,959 \text{ g/l}$ de zinc disuelto y una conductividad de $168,7 \mu\text{S/cm}$.

El diseño del reactor tipo filtro prensa de obtención electrolítico de zinc a partir de sulfuro polimetálico Blenda, (ZnS) está sujeto en base a la escala tecnológica de reactores electroquímicos de micro y macro electrolisis que demuestra parámetros verídicos obtenidos experimentalmente a partir del funcionamiento de un prototipo.

La operación del reactor experimental de modo continuo con recirculación, donde el perfil de concentración logrado, a un flujo de $8 \text{ cm}^3/\text{s}$ en un tiempo de 40 min representa la máxima conversión.

La definición de parámetros adimensionales que permiten analizar los efectos geométricos y electroquímicos en el funcionamiento del reactor define un coeficiente de transferencia de masa de $6,431 * 10^{-05} \text{ cm/s}$.

El análisis de la electrodeposición de mayor eficiencia de corriente se representa mediante el efecto significativo de la densidad de corriente y el sobrepotencial catódico donde se observa que el potencial medido inicialmente es más negativo que el potencial medido después de la deposición de zinc, proporcionando una densidad de corriente límite de $0,04 \text{ A/cm}^2$.

Es importante reconocer que los resultados que se obtiene, tienen un valor significativo, de la manera tal que representa como un modelo teórico-experimental que proporciona resultados cuantitativos de gran valor que permite el diseño

definitivo y el desempeño del reactor experimental tipo filtro prensa de obtención electrolítico de zinc con una pureza del 99,53%.

4.2 Recomendaciones.

Es necesario enfatizar a futuros trabajos de investigación que el prototipo y el diseño definitivo del reactor experimental presenta una aplicación estricta, destinado sólo a la obtención de zinc electrolítico con los parámetros, característicos, inherentes a la aplicación directa de dicho estudio, caso contrario podría observarse desventajas en la adaptación y operación.

El problema más común que se observa en el desempeño del reactor, es la distribución de corriente en el electrodo de trabajo, cuyo efecto interviene en la eficiencia de corriente de dicho proceso que amerita otro estudio específico para optimizar el funcionamiento del reactor.

Es importante hacer conocer que el estudio experimental demostrado técnicamente, es una tecnología no convencional y amigable con el medio ambiente, tal cual lo caracteriza al reactor electroquímico tipo filtro prensa, un novedoso reactor de obtención electrolítico de zinc que se ajusta de manera eficaz en desmedro de la contaminación ambiental.

La atribución que conlleva a la noción o inquietud de llevar el presente estudio a escala industrial utilizando el reactor electrolítico tipo filtro prensa; amerita un estudio más detallado de prefactibilidad que permita desglosar las ventajas y/o desventajas que presente el proyecto de investigación precedente.

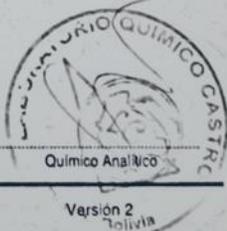
Referencias bibliográficas.

- 1. Atkins P. W., (1982).** *Solutions Manual for Physical Chemistry*. Oxford Univ. Press, E.E.U.U.
- 2. Bard y Faulkner., (1995).** *Electrochemical methods Fundamental and Applications*. John Wiley& Sons. N. Y. E.E.U.U.
- 3. Bockris y Reddy., (1977).** *Modern Electrochemistry*. Plenum/Rosetta, E.E.U.U.
- 4. Castellan, G.W., (1998).** *Fisicoquímica* Edit. Addison Wesley Iberoamericana S.A. E.E.U.U.
- 5. C. Ponce de León., (2014).** *Caracterización de una celda Electroquímico polimérico*. [Artículo en línea]. pp. 6. Fecha de consulta: 8 de abril de 2016. Disponible en: [https:// www.aidic.it/cet](https://www.aidic.it/cet).
- 6. Frank Walsh., (2000).** *Un primer curso de ingeniería electroquímica*. Ed. Club Universitario, España.
- 7. Frank C. Walsh., (2016, abril 14).** *Diseño de un reactor electroquímico eficiente para síntesis y tratamiento ambiental*. [Artículo en línea]. pp. 7. Fecha de consulta: 11 de noviembre de 2016. Disponible en: <https://www.researchgate.net/publication/244534864>.
- 8. F. Cceuret., (1992).** *Introducción a la ingeniería electroquímica* Ed. Reverté España.
- 9. Henry Reyes Pineda, Valentín Pérez H. y Diego F. Arias M., (2013, mayo 4).** *Comportamiento hidrodinámico de un reactor electroquímico tipo filtro prensa*. [Artículo en línea]. pp. 56-80. Fecha de consulta: 17 de agosto de 2016. Disponible en: <https://www.uniquindio.edu.co>.

10. Instituto Tecnológico Geominero de España., (1991). *Minería Química*. Ed. ITGE. España.
11. John H. Perry., (1998). *Manual del Ingeniero Químico*, Editorial Reverté 6^{ta} Ed. España.
12. Koryta J. y Dvorak J., (1987). *Principles of Electrochemistry*. Wiley, E.E.U.U.
13. L. Antropov., (1977). *Theoretical electrochemistry*. Mir Publishers, Moscú.
14. Salomón Rivas V. y Federico Ahlfeld., (2009). *Los minerales de Bolivia y sus parajes*. Tomo I, Ed. La Paz, Bolivia.
15. T. Raju, C. Ahmed Basha., (2005, mayo 19). *Diseño de una celda electroquímica y desarrollo del sistema para la oxidación electroquímica de Ce (III) / (Ce IV)*. [Artículo en línea]. pp 11. Fecha de consulta: 4 de junio de 2016.
Disponible en: [https:// www.elsevier.com/locate/cej](https://www.elsevier.com/locate/cej).

ANEXO

Resultado de análisis químico del sulfuro polimetálico.

LABORATORIO QUÍMICO CASTRO		INFORME DE ENSAYO		Nº 112391	
Potosí-Bolivia		CÓDIGO LQC. P18. F01			
PERTENECE A:		EDWIN LOPEZ MOYA			
LOTE Nº:		SULFURO DE Zinc			
MUESTRA DE:		Ag - Zn - Pb		FECHA: 2015-10-07	
CARACTERÍSTICAS DEL SOBRE:		FRASCO CON TAPA			
CÓDIGO DE LABORATORIO:		12421			
FECHA DE PAQUETE:		S/F			
Ley de Ag		0,19	DM		
Ley de Zn		49,83	%		
Ley de Pb		0,11	%		
<p>LOS RESULTADOS SOLO ESTÁN RELACIONADOS CON EL PAQUETE OBJETO DE ENSAYO SEÑOR CLIENTE VERIFIQUE LOS RESULTADOS DEL INFORME DE ENSAYO ANTES DE SU TRANSACCIÓN</p>					
Calle Periodista esquina Millares Nº 147 Teléfono Fax 591 (2) 6227728				Fecha de Emisión: 2012/02/10	
					
CÓDIGO DE LABORATORIO:		12421			
FECHA DE PAQUETE:		S/F			
Ley de S		27,10	%		
Ley de Fe		4,40	%		
<p>LOS RESULTADOS SOLO ESTÁN RELACIONADOS CON EL PAQUETE OBJETO DE ENSAYO SEÑOR CLIENTE VERIFIQUE LOS RESULTADOS DEL INFORME DE ENSAYO ANTES DE SU TRANSACCIÓN</p>					
Calle Periodista esquina Millares Nº 147 Teléfono Fax 591 (2) 6227728				Fecha de Emisión: 2012/02/10	
					

Fuente: Laboratorio Químico Castro Código LQC. P18.F01 ed. 2015.

Para realizar el balance estequiométrico se aplica la ecuación de conservación genérica:

$$S = E - R_x + P$$

Dónde:

E = Moles que entran

R = Moles que reaccionan

P = Moles producto de la reacción

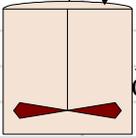
S = Cantidad de moles que se obtiene

Balance estequiométrico de la tostación del sulfuro polimetálico.

TOSTACIÓN DEL SULFURO POLIMETÁLICO														
21	%	aire	→	SO ₂	O ₂	2Zn+O ₂ (g)=2ZnO	4Fe+3O ₂ (g)= 2Fe ₂ O ₃	S+O ₂ (g)=SO ₂ (g)	MUFLA 940 °C	ZnO	Fe ₂ O ₃	Ganga		
O ₂	21													
N ₂	79													
80	%													
Zn	49,88													
Fe	4,4													
S	27,1													
Ganga	18,62													
	100													
Base de cálculo:		80 g de sulfuro polimetálico.												
Aire teórico		4,898 mol												
Aire en exceso		1,029 mol												
Aire real alimentado		5,926 mol												
COMPONENTE	PM	MOLES	ENTRA		PRODUCE		REACCIONA		(mol)	SALE				
			(mol)	(g)	(mol)	(g)	(mol)	(g)		(g)	% p/p			
Zn	65,39	0,610	0,610	39,904	0,000	0,000	0,610	39,904	0,000					
Fe	55,847	0,063	0,063	3,520	0,000	0,000	0,063	3,520	0,000					
S	32,066	0,676	0,676	21,680	0,000	0,000	0,676	21,680	0,000					
O ₂	31,9988	1,029	1,244	39,822	0,000	0,000	1,029	32,911	0,216	6,911		5,768		
SO ₂	64,0648	0,676	0,000	0,000	0,676	43,315	0,000	0,000	0,676	43,3146		36,149		
ZnO	81,3894	0,610	0,000	0,000	0,610	49,668	0,000	0,000	0,610		49,668		41,451	
Fe ₂ O ₃	159,6922	0,032	0,000	0,000	0,032	5,033	0,000	0,000	0,032		5,033		4,200	
Ganga	0,000	0,000	14,896	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000		14,896		12,432	
TOTAL				119,822							50,23	69,596	41,92	58,08
											119,822		100,00	

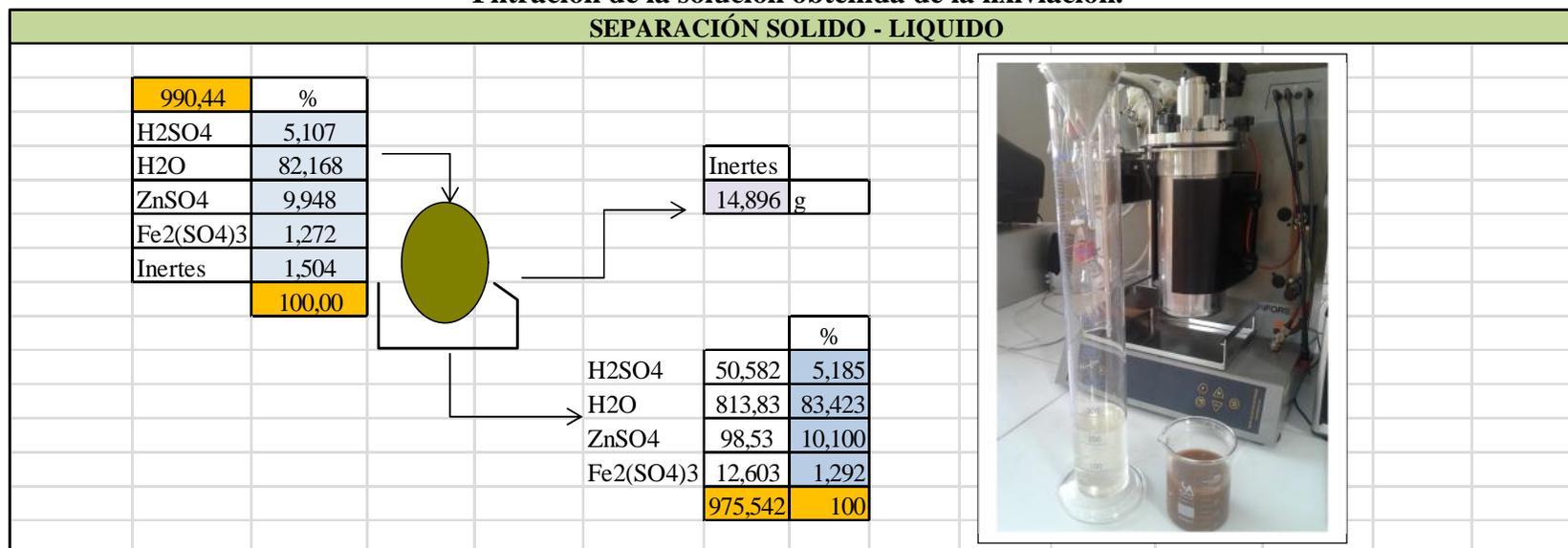
Fuente: elaboración propia U.A.J.M.S. 2017.

Balance estequiométrico de la lixiviación de la calcina.

LIXIVIACIÓN DE LA CALCINA																	
69,596	%					920,838	%										
ZnO	71,365	A	B			H ₂ SO ₄	13	Dens.	1,087 g/ml	ZnO+H₂SO₄=ZnSO₄+H₂O							
Fe ₂ O ₃	7,231					H ₂ O	87			Fe₂O₃+3H₂SO₄=Fe₂(SO₄)₃+3H₂O							
Ganga	21,403						100										
	100,00																
						<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr><td>H₂SO₄</td></tr> <tr><td>ZnSO₄</td></tr> <tr><td>Fe(SO₄)₃</td></tr> <tr><td>H₂O</td></tr> <tr><td>Inertes</td></tr> </table>		H ₂ SO ₄	ZnSO ₄	Fe(SO ₄) ₃	H ₂ O	Inertes					
H ₂ SO ₄																	
ZnSO ₄																	
Fe(SO ₄) ₃																	
H ₂ O																	
Inertes																	
<i>Base de cálculo:</i>		69,596 g de calcina.															
COMPONENTE	PM	MOL	ENTRA		REACCIONA		PRODUCE		SALE								
			(mol)	(g)	(mol)	(g)	(mol)	(g)	(mol)	(g)	%	M					
ZnO	81,379	0,610	0,610	49,668	0,610	49,668	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000				
Fe ₂ O ₃	159,68	0,032	0,032	5,033	0,032	5,0326	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000				
H ₂ SO ₄	98,07	0,705	1,221	119,709	0,705	69,127	0,000	0,000	0,516	50,582	5,107	0,592					
H ₂ O	18,015	44,470	44,470	801,129	0,000	0,000	0,705	12,698	45,175	813,83	82,168	51,814					
ZnSO ₄	161,438	0,610	0,000	0,000	0,000	0,000	0,610	98,530	0,610	98,53	9,948	0,700					
Fe ₂ (SO ₄) ₃	399,867	0,032	0,000	0,000	0,000	0,000	0,032	12,603	0,032	12,603	1,272	0,036					
Inertes	14,896	14,896	1,504						
TOTAL				990,4						990,4	100,0						

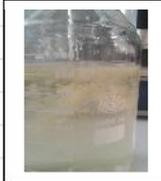
Fuente: elaboración propia U.A.J.M.S. 2017.

Filtración de la solución obtenida de la lixiviación.



Fuente: elaboración propia U.A.J.M.S. 2017.

Balance estequiométrico de precipitación de jarosita amoniacal.

PRESIPITACIÓN DE JAROSITA AMONIACAL													
975,542	%	A	B	22,091	%	Dens.	0,9 g/ml						
Fe ₂ (SO ₄) ₃	1,292			NH ₄ OH	20								
ZnSO ₄	10,100			H ₂ O	80								
H ₂ SO ₄	5,185												
H ₂ O	83,423												
	100,000												
				ZnSO ₄				$3\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + 10\text{H}_2\text{O} + 2\text{NH}_4\text{OH} = (\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_4\text{Fe}_6(\text{OH})_{12} + 5\text{H}_2\text{SO}_4$					
				H ₂ SO ₄				$2\text{ZnSO}_4 + 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{NH}_4\text{OH} = 2\text{Zn}(\text{OH})_2 + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$					
				H ₂ O				$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + 4\text{H}_2\text{O} + 2\text{NH}_4\text{OH} = 2\text{Fe}(\text{OH})_3 + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{SO}_4$					
				NH ₄ OH									
Base de cálculo:		975,542 g de sol											
COMPONENTE	PM	ENTRA		REACCIONA		PRODUCE		SALE					
		(mol)	(g)	(mol)	(g)	(mol)	(g)	(mol)	(g)	%	M		
Fe ₂ (SO ₄) ₃	399,867	0,0315	12,603	0,0315	12,603	0,000	0,000	0,000	0,000		0,000		0,000
ZnSO ₄	161,438	0,610	98,530	0,0006	0,099	0,000	0,000	0,610	98,431		9,867		0,694
H ₂ SO ₄	98,07	0,516	50,582	0,000	0,000	0,0528	5,181	0,569	55,763		5,590		0,647
H ₂ O	18,015	46,16	831,500	0,106	1,904	0,000	0,000	46,050	829,60		83,157		52,439
NH ₄ OH	35,046	0,126	4,418	0,022	0,758	0,000	0,000	0,104	3,660		0,367		0,119
(NH ₄) ₂ (SO ₄)+4Fe ₆ (OH) ₁₂	959,04	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0105	10,075	0,011		10,075		1,020	0,012
Zn(OH) ₂	99,4	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0006	0,061	0,001		0,061		0,006	0,001
(NH ₄) ₂ SO ₄	132,134	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,040	0,000		0,040		0,004	0,000
TOTAL			997,63						987,452	10,176	98,980	1,031	
									997,63		100,0		

Fuente: elaboración propia U.A.J.M.S. 2017.

Una vez obtenida la solución electrolítica se envía al centro de análisis de investigación y desarrollo CEANID, cuyo resultado de los parámetros se detalla a continuación:

Resultado de análisis químico de la solución electrolítica.

CEANID FOR 88
 Versión 03
 Fecha de emisión 2016-10-31




UNIVERSIDAD AUTÓNOMA "JUAN MISAEL SARACHO"
 FACULTAD DE "CIENCIAS Y TECNOLOGÍA"
 CENTRO DE ANÁLISIS, INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO "CEANID"
 Laboratorio Oficial del Ministerio de Salud y Deportes
 Red de Laboratorios Oficiales de Análisis de Alimentos
 Red Nacional de Laboratorios de Micronutrientes
 Laboratorio Oficial del "SENASAG"



INFORME DE ENSAYO

I. INFORMACIÓN DEL SOLICITANTE

Cliente:	Edwin Lopez Moya				
Solicitante:	Edwin Lopez Moya				
Dirección:	Av. La Paz s/n - Barrio San Bernardo				
Telefono/Fax:	7717774	Correo-e:	*****	Código:	AG 156/17

II. INFORMACIÓN DE LA MUESTRA

Descripción de la muestra:	Solución acuosa con sulfatos metálicos		
Código de muestreo:	*****	Fecha de vencimiento:	*****
Lote:	*****		
Fecha y hora de muestreo:	2017-06-06		
Procedencia (Localidad, Prov./Dist):	Modesto Omiste - Potosí Bolivia		
Lugar de muestreo:	Prov. Modesto Omiste		
Responsable de muestreo:	Edwin Lopez Moya		
Código de la muestra:	1048 FQ 805	Fecha de recepción de la muestra:	2017-06-13
Cantidad recibida:	250 ml	Fecha de ejecución de ensayo:	De 2017-06-13 al 2017-06-19

III. RESULTADOS

PARÁMETRO	TECNICA y/o MÉTODO DE ENSAYO	UNIDAD	RESULTADOS	LIMITES PERMISIBLE		REFERENCIA DE LOS LIMITES
				Min.	Max.	
Conductividad eléctrica (14.2°C)	SM 2510-B	uS/cm	168,7	Sin Referencia	Sin Referencia	
Densidad relativa (20 °C)	NB 34021-07		1.13574	Sin Referencia	Sin Referencia	
Hierro disuelto	SM 3500-Fe B	mg/l	2.229	Sin Referencia	Sin Referencia	
Magnesio disuelto	SM 3500-Mg B	mg/l	35,4	Sin Referencia	Sin Referencia	
pH (14.2°C)	SM 4500-H B		0,47	Sin Referencia	Sin Referencia	
Plomo disuelto	SM 3500-PbB	mg/l	4,75	Sin Referencia	Sin Referencia	
Sulfatos	SM 2130-B	g/l	141,70	Sin Referencia	Sin Referencia	
Zinc disuelto	SM 3500-ZnB	mg/l	39,595	Sin Referencia	Sin Referencia	

SM Standard Methods
 NB Norma Boliviana
 uS Micro Siemens

- 1) Los resultados reportados se refieren a la muestra ensayada en el Laboratorio
- 2) El presente informe solo puede ser reproducido en forma parcial y/o total, con la autorización del CEANID
- 3) Los datos de la muestra y el muestreo, fueron suministrados por el cliente

Tarija, 19 de junio de 2017


 Ing. Agalid Aceituno Cáceres
 JEFE DEL CEANID



Original Cliente
 Copia CEANID

Dirección: Campus Universitario Facultad de Ciencias y Tecnología Zona "El Tejar" Tel: (591) (4) 6645648
 Fax: (591) (4) 6643403 - Email: ceanid@uajms.edu.bo - Casilla 51 - TARIJA - BOLIVIA

Página 1 de 1

Fuente: Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo "CEANID" 2017.

ANEXO 2

PARÁMETROS FISICOQUÍMICOS DEL ELECTROLITO BASE Y DEL ELECTROLITO SOPORTE.

De acuerdo a la concentración que presenta el electrolito base se determina los parámetros adicionales del mismo utilizando las siguientes ecuaciones:

PARAMETRO	RESULTADO (g/l)	PESO MOLECULAR	MOLARIDAD
Sulfato (SO_4^{2-})	141,7	96,07	1,475
Zinc disuelto (Zn^{2+})	39,595	65,39	0,606

$$I_i = \frac{1}{2} [(z_+^2 C_+) + (z_-^2 C_-)] \quad (1 - 6)$$

$$\log \gamma_i = - \frac{A z_+ z_- \sqrt{I_i}}{1 + B a_i \sqrt{I_i}} \quad (1 - 5)$$

$$\alpha = \gamma_i C \quad (1 - 4)$$

$$D_i = \frac{uRT}{zF} \quad (1 - 20)$$

Parámetros adicionales de zinc disuelto.

FUERZA IONICA	COEF. DE ACTIVIDAD	ACTIVIDAD	DIFUSIVIDAD
I_i (mol/l)	Zn	Zn (mol/l)	D_i (cm ² /s)
4,1610	0,110	0,067	7,022E-06

Fuente: Elaboración propia, UAJMS 2017.

Parámetros fisicoquímicos de disolución soporte (Anolito)

PARAMETRO	UNIDAD	RESULTADO
Solucion soporte (H_2SO_4)	g/l	121
Temperatura	T (°K)	298
Viscosidad	μ (g/cm s)	0,015
Densidad	(g/cm ³)	1,135
Volumen	V (cm ³)	60
Flujo volumétrico	Q (cm ³ /s)	8

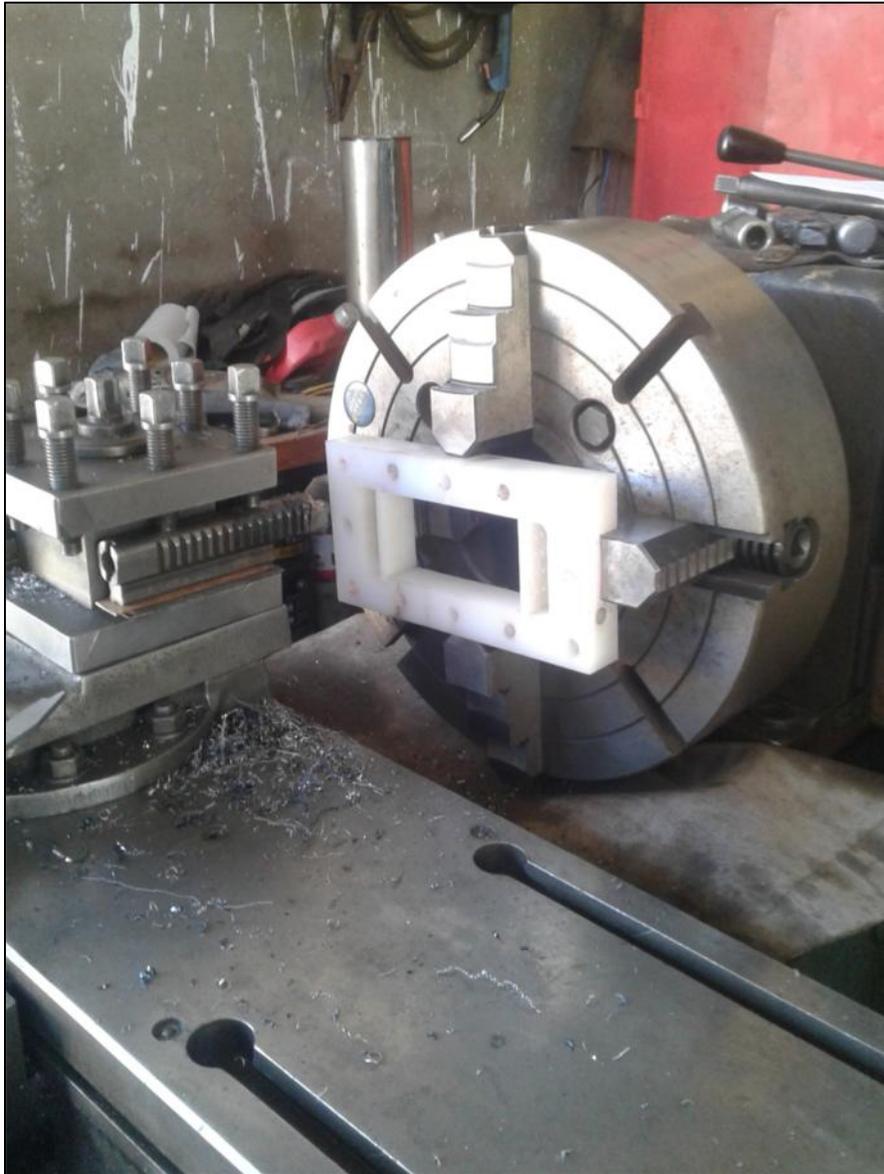
Fuente: Elaboración propia, UAJMS 2017.

ANEXO 3

CONSTRUCCIÓN DE LOS COMPARTIMENTOS DE LA CELDA ELECTROLÍTICA.

De acuerdo a los valores obtenidos en el dimensionamiento de la celda, se procede a la construcción de dicha celda; utilizando como herramienta un torno metalúrgico.

Torno mecánico para la construcción de la celda electrolítica.



Fuente: Elaboración propia Cortesía Taller Metalúrgica Eyber 2016.

ANEXO 4

FUNCIONAMIENTO DEL REACTOR EXPERIMENTAL DE OBTENCIÓN ELECTROLÍTICA DE ZINC.

El funcionamiento del reactor experimental se lleva a cabo en el laboratorio de física de la UAJMS.

Monitoreo del funcionamiento del reactor electroquímico.



Fuente: Toma propia, Cortesía Laboratorio de física U.A.J.M.S. 2017.

Los valores de la variación de la concentración a diferentes intervalos de tiempo a la salida del reactor se determinan aplicando un método de ensayo que se detalla a continuación:

Método volumétrico para determinación de zinc en disolución.

En este método se mide el volumen necesario de una disolución de concentración conocido que reacciona cuantitativamente en el componente de la disolución de composición desconocido.

Método de ensayo para determinar el contenido de zinc disuelto.

<p>REACTIVOS:</p> <p>Hidróxido de sodio 10%</p> <p>Agua destilada</p> <p>Tableta tampón indicadora</p> <p>Solución 0,1 M EDTA</p> <p>PROCEDIMIENTO:</p> <p>Tomar un alícuota producto de la lixiviación (10 ml)</p> <p>Diluir con agua destilada hasta 25 ml</p> <p>Neutralizar con NaOH al 10%</p> <p>Añadir la tableta tampón indicadora</p> <p>Titular con 0,1 M de EDTA hasta viraje a verde claro (micro bureta).</p> $m = \frac{V_{EDTA} * 6,537 \text{ g}}{1 \text{ ml EDTA}} [\text{mg}]$	
---	---

Fuente: Norma Argentina IRAM 113217. Materias primas para caucho. Óxido de Zinc. Instituto Argentino de Racionalización de Materiales. Buenos Aires, 1985.

Los valores de la variable respuesta que se obtiene durante el funcionamiento del reactor y de acuerdo al diseño factorial; se detalla a continuación:

Resultados obtenidos de cada combinación y su respectiva réplica.

DISEÑO FACTORIAL 2 ³							
FACTORES EN ESTUDIO				VARIABLES RESPUESTA			
NUMERO DE ENSAYOS	CORRIENTE ELECTRICA I (A)	TIEMPO DE ELECTRÓLISIS t (s)	CAUDAL Q (cm ³ /s)	SOBREPOTENCIAL DE ELECTR. DE TRABAJO η_c (V)	COEFICIENTE DE TRANSFERENCIA DE MASA Km (cm/s)	MASA REAL DEPOSITADO m (g)	EFICIENCIA DE CORRIENTE η_i (%)
1a	1,8	1800	8	-0,023	6,431E-05	0,526	47,944
2a	2	1800	8	-0,053	6,431E-05	0,703	57,669
3a	1,8	2400	8	-0,033	6,431E-05	0,578	39,511
4a	2	2400	8	-0,053	6,431E-05	1,074	66,010
5a	1,8	1800	12	-0,013	7,351E-05	0,666	60,634
6a	2	1800	12	-0,053	7,351E-05	0,728	59,654
7a	1,8	2400	12	-0,023	7,351E-05	0,755	51,556
8a	2	2400	12	-0,053	7,351E-05	0,800	49,210
1b	1,8	1800	8	-0,013	6,536E-05	0,531	48,399
2b	2	1800	8	-0,053	6,536E-05	0,727	59,580
3b	1,8	2400	8	-0,023	6,536E-05	0,608	41,540
4b	2	2400	8	-0,043	6,536E-05	1,044	64,196
5b	1,8	1800	12	-0,023	7,471E-05	0,679	61,891
6b	2	1800	12	-0,053	7,471E-05	0,742	60,842
7b	1,8	2400	12	-0,013	7,471E-05	0,776	53,025
8b	2	2400	12	-0,053	7,471E-05	0,794	48,823

Fuente: Elaboración propia UAJMS 2017.

La masa real electrodepositado que se obtiene experimentalmente durante el funcionamiento del reactor electroquímico se pesa en una balanza analítica, donde el peso total menos el peso del electrodo, es la cantidad real de masa electrodepositado.

$$m_r = m_t - m_e$$

Dónde:

m_r = Masa real electrodepositado [g]

m_t = Masa total [g]

m_e = Masa del electrodo = 13,334 g

Balanza analítica para pesar la cantidad de zinc electrodepositado



Fuente: Toma propia, Cortesía Laboratorio de física U.A.J.M.S. 2017.

Una vez obtenido la cantidad electrolítica de zinc con la mejor eficiencia de corriente, se envía al centro de análisis de investigación y desarrollo CEANID perteneciente a la universidad, cuyo resultado de la pureza se detalla a continuación:

Resultado de análisis químico del zinc electrolítico obtenido.

UNIVERSIDAD AUTONOMA "JUAN MISAEL SARACHO"		FACULTAD DE "CIENCIAS Y TECNOLOGIA"		CENTRO DE ANALISIS, INVESTIGACION Y DESARROLLO "CEANID"		
Laboratorio Oficial del Ministerio de Salud y Deportes		Red de Laboratorios Oficiales de Analisis de Alimentos		Laboratorio Oficial del "SENASAG"		
 				<small>CEANID FOR 88 Versión 01 Fecha de emisión: 2016-10-31</small>		
INFORME DE ENSAYO						
I. INFORMACION DEL SOLICITANTE						
Cliente:	Edwin Lopez Moya					
Solicitante:	Edwin Lopez Moya					
Dirección:	Av. La Paz s/n					
Teléfono/Fax:	7717741	Correo-e:	*****	Código:	MO 012/17	
II. INFORMACIÓN DE LA MUESTRA						
Descripción de la muestra:	Zinc metálico					
Código de muestreo:	**	Fecha de vencimiento:	*****	Lote:	****	
Fecha y hora de muestreo:	2017-10-31					
Procedencia (Localidad, Prov./ Depto):	Tarija - Cercado - Tarija Bolivia					
Lugar de muestreo:	Laboratorio de Física					
Responsable de muestreo:	Edwin Lopez Moya					
Código de la muestra:	1954 FQ 1492	Fecha de recepción de la muestra:	2017-11-01			
Cantidad recibida:	1 g	Fecha de análisis de la muestra:	Del 2017-11-01 al 2017-11-17			
III. RESULTADOS						
PARÁMETRO	TECNICA y/o MÉTODO DE ENSAYO	UNIDAD	RESULTADO	LIMITES PERMISIBLES		REFERENCIA DE LOS LIMITES
				Min.	Max.	
Zinc total	SM 3500 ZnB	%	99,53	Sin Referencia	Sin Referencia	Sin Referencia
<small>De Norma Boliviana N. Potencia</small>						
1) Los resultados reportados se remiten a la muestra ensayada en el Laboratorio 2) El presente informe solo puede ser reproducido en forma parcial y/o total, con la autorización del CEANID 3) Los datos de la muestra y el muestreo, fueron suministrados por el cliente						
Tarija, 17 de noviembre de 2017						
 Ing. Abalid Aceituno Cáceres JEFE DEL CEANID						
						
<small>Original: Cliente Copia: CEANID</small>						
<small>Dirección: Campus Universitario Facultad de Ciencias y Tecnología Zona "El Tejar" Tel: (591) (4) 6645648 Fax: (591) (4) 6643403 - Email: ceanid@uajms.edu.bo - Casilla 51 - TARIJA - BOLIVIA</small>						
<small>Página 1 de 1</small>						

Fuente: Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo "CEANID" 2017.



*. . . debes amar el tiempo de los intentos.
debes amar la hora que nunca brilla
y si no, no pretendas tocar lo cierto. . .*

