



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

**“ RECUPERACION DE FINOS
DE COBRE. ”**

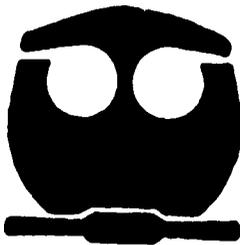
T E S I S

PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A :

JAVIER RODRIGUEZ LOPEZ



MEXICO, D. F.

1995

FALLA DE ORIGEN

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO SEGÚN EL TEMA:

PRESIDENTE: Prof. FRANCISCO JAVIER GARFIAS AYALA.

VOCAL: Prof., JESÚS GRACIA FADRIQUE.

SECRETARIO: Prof. ALMA ROSA GARCÍA CHARRETON.

1er. SUPLENTE: Prof. JOSEFINA ADRIANA VERDEJO COSS Y LEÓN.

2do. SUPLENTE: Prof. AMANDO JOSÉ PADILLA RAMÍREZ.

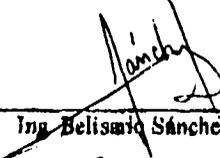
SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Laboratorio de Termofísica.
Departamento de Física y Química Teórica.
División de Ciencias Básicas.
Facultad de Química, U.N.A.M.

ASESOR:


Dr. Jesús Gracia Fadrique.

SUPERVISOR TÉCNICO:


Ing. Belisario Sánchez Vázquez.

SUSTENTANTE:


Javier Rodríguez López.

El presente trabajo fue desarrollado dentro del programa "Emulsiones Lubricantes" bajo convenio UNAM-CONDUMEX. Agradecemos la participación de los Ingenieros Antonio Sierra Gutiérrez y Belisario Sánchez Vázquez.

CONTENIDO.

	Página.
INTRODUCCIÓN.	I
CAPITULO 1: LOS FINOS DE COBRE.	
1.1 Proceso en el que se generan los finos de cobre.	1
1.2 Caracterización de los lodos de cobre.	6
1.2.1 Características.	6
1.2.2 Densidad.	7
1.2.3 Viscosidad.	8
1.2.4 Cantidad de grasa contenida en los lodos.	11
1.2.5 Distribución de tamaño de partícula.	14
CAPITULO 2: SELECCIÓN DEL DISOLVENTE EN LA EXTRACCIÓN DE ACEITE.	
2.1 Extracción líquido-líquido.	17
2.2 Parámetro de solubilidad.	18
2.2.1 Parámetro de solubilidad y volumen molar en la disolución.	21
2.3 Técnica de selección del disolvente apropiado.	22
2.4 Factores que intervienen en la disolución.	27
CAPITULO 3: TENSOACTIVOS, DETERGENCIA Y EMULSIONES.	
3.1 Tensoactivos.	28
3.2 Clasificación de tensoactivos.	32
3.2.1 Aniónicos.	32
3.2.2 Catiónicos.	34
3.2.3 No-iónicos.	35
3.2.4 Amfotéricos.	36

3.2.5	Agentes emulsificantes insolubles en agua.	37
3.3	Fenómeno de detergencia.	39
3.4	Emulsiones.	43
3.4.1	Concepto de HLB.	44
3.4.2	Determinación del número de HLB.	46
3.4.3	Clasificación de emulsiones.	46

CAPITULO 4: ANÁLISIS DE LAS PRINCIPALES ALTERNATIVAS PARA LA RECUPERACIÓN DE FINOS DE COBRE.

4.1	Procedimientos de extracción.	48
4.1.1	Extracción con tensoactivos.	49
4.1.2	La emulsión residual como alternativa de limpieza.	51
4.1.3	Tratamiento de reemulsificación y reducción de la tensión interfacial.	53
4.2	Procedimiento final de recuperación de cobre.	54
4.3	El tanque de lavado.	57

CAPITULO 5: ANÁLISIS DE RESULTADOS.

5.1	Selección del disolvente para determinar el contenido de aceite en los lodos.	66
5.2	Caracterización de los lodos.	68
5.3	Tensoactivos utilizados en el lavado.	72
5.4	Emulsificación como alternativa de limpieza.	72
5.5	Recuperación de cobre. (<i>Propuesta final</i>).	75
5.6	Parámetros de diseño y análisis del tanque de lavado.	76

	CONCLUSIONES.	79
--	----------------------	----

	BIBLIOGRAFÍA.	81
--	----------------------	----

INTRODUCCIÓN

En la industria metal mecánica, los procesos de estirado, cepillado, torneado, taladrado, esmerilado, etc. generan partículas metálicas de diversos tamaños y formas, que constituyen pérdidas de materia prima.

En el caso del estirado de alambre de cobre se producen partículas ocasionadas por la fricción que se presenta durante el proceso. Esta fricción es la principal consecuencia de fluctuaciones relacionadas con tres parámetros de importancia durante el estirado, los cuales son: la calidad del cobre, el dado de reducción y el estado de la emulsión. La calidad del cobre es un parámetro que afecta directamente el proceso; el estado superficial del cobre determina las pérdidas de material durante su expansión. El dado de estirado debe tener una geometría homogénea que genere secciones uniformes durante el proceso y finalmente, la emulsión de estirado debe proporcionar lubricidad y disipar el calor además de dispersar las partículas producidas durante la reducción.

El presente trabajo, está enfocado a realizar una investigación para conocer los componentes de estos desechos y posteriormente proponer un procedimiento que permita recuperar las partículas de cobre que se producen al reducir el diámetro del alambre.

En el capítulo 1 se presenta el procesamiento industrial del estirado de alambre de cobre, la generación de partículas y sus características.

En el capítulo 2 se exponen los resultados de la extracción líquido-líquido con la que se determinó el contenido de aceite y muestra la elección del disolvente con los mejores resultados de extracción.

El capítulo 3 contiene los fundamentos teóricos de los fenómenos superficiales (detergencia y emulsificación) utilizados en el procedimiento de recuperación de finos de cobre .

En el capítulo 4 se realiza un análisis de los tensoactivos y la forma de elegirlos, la técnica para obtener el cobre perfectamente limpio y además el diseño del equipo donde se desarrolló la recuperación.

En el capítulo 5 se presenta el análisis de resultados.

Las conclusiones que se presentan en este trabajo tienen la finalidad de proponer herramientas a la industria para la solución de problemas similares, esperando que sean útiles para el desarrollo de nuevos proyectos.

En el capítulo 1 se presenta el procesamiento industrial del estirado de alambre de cobre, la generación de partículas y sus características.

En el capítulo 2 se exponen los resultados de la extracción líquido-líquido con la que se determinó el contenido de aceite y muestra la elección del disolvente con los mejores resultados de extracción.

El capítulo 3 contiene los fundamentos teóricos de los fenómenos superficiales (detergencia y emulsificación) utilizados en el procedimiento de recuperación de finos de cobre .

En el capítulo 4 se realiza un análisis de los tensoactivos y la forma de elegirlos, la técnica para obtener el cobre perfectamente limpio y además el diseño del equipo donde se desarrolló la recuperación.

En el capítulo 5 se presenta el análisis de resultados.

Las conclusiones que se presentan en este trabajo tienen la finalidad de proponer herramientas a la industria para la solución de problemas similares, esperando que sean útiles para el desarrollo de nuevos proyectos.

CAPITULO 1

LOS FINOS DE COBRE.

1.1 PROCESO EN EL QUE SE GENERAN LOS FINOS DE COBRE.

Los finos de cobre se generan en el proceso de estirado de alambre de cobre.⁽¹²⁾ Este proceso consiste en la disminución del diámetro del alambre haciéndolo pasar a través de una serie de mecanismos que reducen el área transversal; la reducción se realiza hasta obtener el calibre deseado de la siguiente forma: una reducción gruesa, que tiene un intervalo de calibre comercial de 1 a 12. una reducción intermedia que va del calibre 13 al 26 y una reducción final que comprende calibres mayores a el 27. (Tabla. 1.1)

La reducción del alambre se efectúa en dos tipos de sistemas: la máquina de poleas en serie (TANDEM) y la máquina de paso cónico. La máquina de poleas tipo tandem se compone de una serie de poleas que transportan el alambre, antecedido por un dado de estirado, con diámetros ordenados de mayor a menor según el calibre que se desea. La máquina de paso cónico, tiene poleas múltiples montadas en el mismo eje, ordenadas de mayor a menor diámetro y su velocidad depende de los diferentes diámetros que alcanza el alambre al pasar a través de los dados.

Al realizar el estirado de alambre de cobre, se alinean las poleas de las máquinas, de lo contrario se provoca alta tensión y el alambre puede reventar. De manera similar se cuida que no existan materiales ajenos que puedan obstruir la entrada del dado al realizar la reducción del diámetro del alambre; los dados son

parte fundamental del proceso de estirado y se deben mantener en constante vigilancia ya que ocasionalmente son causantes de paros en el proceso lo que propicia pérdidas a la compañía.

El dado utilizado en el estirado, es un orificio con características especiales por donde pasa el alambre y en donde se efectúa la reducción. Consta de cuatro zonas: ingreso, reducción, chumacera y salida. El dado está construido en su interior de diamante natural o sintético. (fig. 1.1). El diamante tiene un diseño con cierto ángulo que favorece la reducción del alambre y es la sección más delicada del dado, ya que en esta zona se encuentra el punto de impacto que opone alta resistencia a la entrada del alambre; por otro lado, la chumacera, tiene la función de dar forma al alambre inmediatamente después de haberlo reducido.

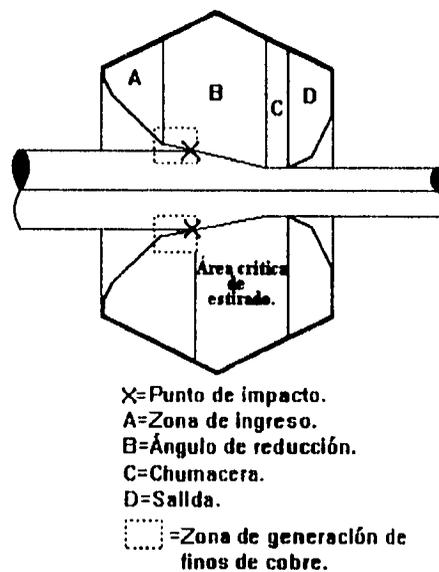


Fig. 1.1 Sección transversal de un dado de estirado.

Calibre A.W.G.	Diámetro nominal (mm)	Área de sección (mm ²)	Resistencia.* 20°C
1	7.35	42.41	0.4065
2	6.54	33.62	0.5128
3	5.83	26.67	0.6465
4	5.19	21.15	0.8152
5	4.62	16.76	1.0284
6	4.11	13.30	1.2965
7	3.66	10.55	1.634
8	3.26	8.37	2.061
9	2.91	6.63	2.599
10	2.59	5.26	3.278
11	2.30	4.17	4.136
12	2.05	3.31	5.212
13	1.83	2.63	6.564
14	1.63	2.08	8.281
15	1.45	1.65	10.436
16	1.29	1.31	13.185
17	1.15	1.04	16.581
18	1.02	0.823	20.950
19	0.912	0.653	26.401
20	0.813	0.519	33.228
21	0.724	0.412	41.890
22	0.643	0.324	53.157
23	0.574	0.259	66.617
24	0.511	0.205	84.220
25	0.455	0.162	106.194
26	0.404	0.128	134.59
27	0.361	0.102	168.74
28	0.320	0.080	214.32
29	0.287	0.065	266.47
30	0.254	0.051	340.25
31	0.226	0.040	429.56
32	0.203	0.032	531.65
33	0.180	0.025	674.98
34	0.160	0.020	857.28
35	0.142	0.016	1085.0
36	0.127	0.013	1361.0
37	0.114	0.010	1680.3
38	0.102	0.0081	2126.6
39	0.0889	0.0062	2777.6
40	0.0787	0.0049	3540.6
41	0.0711	0.0040	4340.0
42	0.0635	0.0032	5444.1
43	0.0559	0.0024	7030.1
44	0.0508	0.0020	8506.4
45	0.0447	0.0016	10984.0

* La resistencia esta dada en unidades de ohm/km

Tabla 1.1 Diámetros nominales para el alambre de cobre.⁽¹²⁾

El punto de impacto (fig. 1.1) es el lugar donde se generan los finos de cobre como consecuencia del esfuerzo aplicado en el alambre. Estos finos están formados por partículas del orden de micras con superficies nuevas y por consecuencia con gran actividad superficial, por lo que fácilmente captan cualquier contaminante o se adhieren a cualquier superficie ocasionando la obturación de los dados y la ruptura del alambre de cobre.

Al realizar el trefilado (estirado) del alambre de cobre, las partículas que se crean se retiran por contacto con un fluido, el cual cubre la superficies recién formadas y permite que las partículas fluyan libremente evitando que se incrusten en los dados de estirado: este fluido lubricante es mejor conocido como emulsión.* Una emulsión es un sistema compuesto de dos fases inmiscibles (en la mayoría de los casos aceite y agua) donde una de las fases se encuentra suspendida en forma de finas gotas (fase dispersa) en la otra (fase continua). Las emulsiones son utilizadas en diferentes procesos industriales dependiendo de sus propiedades y características.

La emulsión utilizada en el estirado de alambre de cobre tiene propiedades específicas que son fundamentales en el desarrollo del proceso, tales como: lubricación, disipación de calor, abatimiento en la tensión interfacial, detergencia, entre otras, las cuales permiten obtener el alambre con las características deseadas y arrastrar a partículas de cobre formadas en los dados de estirado; estas partículas al ser retiradas se cubren por el aceite de la emulsión formando una mezcla que se conoce comúnmente en planta como lodos.

* En el capítulo 3 se explica con mayor amplitud este fenómeno.

Existen dos alternativas para el uso de la emulsión durante la reducción del alambre de cobre, por inmersión de los dados o por aspersión, dirigiendo la boquilla de aplicación directamente al punto de impacto en el momento de inicio de la disminución de área.

La reducción de área esta definida por la siguiente ecuación:

$$Ar = 1 - (D_1/D_0) \quad (1.1)$$

donde: Ar = Área reducida.

D_0 = Diámetro nominal a la entrada.

D_1 = Diámetro nominal a la salida del dado.

Las deficiencias en lubricidad, la calidad superficial del cobre y las condiciones del dado durante el estirado, genera una gran cantidad de finos lo que provoca que se formen agregados de partículas que pueden incrustarse en los dados. Sin embargo, la emulsión que se ocupa tiene la capacidad de eliminar la materia grasosa y la suciedad de las superficies en contacto, además retira la mayoría de las partículas durante el proceso lo que origina la formación de lodos en la parte baja de los equipos.

El proceso genera lodos, los cuales son recolectados a lo largo del proceso y son almacenados en tambores de 200 lts de donde se toman muestras para su análisis y su tratamiento.

1.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS LODOS DE COBRE.

1.2.1 CARACTERÍSTICAS.

Las muestras bajo análisis presentaron diferentes características debido básicamente a las variaciones intrínsecas del proceso como: cantidad de la emulsión inyectada, fuerza con la que se estira el alambre de cobre, calibre al que se reduce, tipo de máquina donde se generan los lodos, además de la forma y tiempo de almacenamiento. La calidad de la emulsión, la fuerza con la que se estira el alambre, el calibre al que se reduce y el tipo de máquina generan variaciones en el tamaño de partícula lo que proporciona información de la eficiencia del proceso, sin embargo, si se realiza un almacenamiento prolongado de los lodos, las muestras que se analicen puede propiciar errores en la determinación de algunas de sus propiedades.

No obstante, si se homogenizan las muestra antes de tomarlas y si los recipientes se encuentran herméticamente cerrados, se obtendrán mejores resultados al tratar de determinar cualquiera de sus propiedades: esto no garantiza que las muestras sean semejantes, ya que las características de los lodos varían con el proceso y por tal motivo difieren en algunas de sus características.

Las propiedades medidas para el análisis de los lodos fueron: densidad, viscosidad, contenido de grasa en los lodos y tamaño de partícula. El resultado y la técnica empleada en esta investigación se presenta a continuación.

1.2.2 DENSIDAD.

Para determinar la densidad de los lodos, se observaron algunos inconvenientes, ya que las partículas de cobre tienden a sedimentar rápidamente lo que impide tener lodos homogéneos, además, se pueden formar burbujas en el seno de la muestra, las cuales, son difíciles de eliminar pues ascienden lentamente a la superficie. Por otro lado, los equipos convencionales para determinar densidad no se pueden ocupar, ya que existen partículas sólidas en la muestra y generalmente estos equipos son utilizados en análisis de líquidos. Por tal motivo se pensó en utilizar el desplazamiento de líquidos (de acuerdo a la norma **ASTM B 417-89**) para determinar el volumen de los lodos.⁽¹³⁾ Aplicando este principio se pudo determinar la densidad de los lodos de la siguiente forma:

Se coloca una cantidad de lodos en un recipiente graduado de boca ancha, en este caso un vaso de precipitados de 1000 mL previamente pesado y por diferencia de peso se determina exactamente la masa de los lodos, posteriormente en una probeta graduada se coloca una cantidad de agua con volumen definido y se agrega a los lodos ya pesados, de esta forma se puede medir el volumen de los lodos por desplazamiento de líquido. Después de tener este valor se emplea la fórmula 1.2 y se calcula la densidad de las muestras.⁽²⁷⁾

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (1.2)$$

DENSIDAD (g/cm ³)	
1	2.218
2	2.103
3	2.056
4	2.113
5	2.207
PROMEDIO	2.139

Tabla 1.2 Resultados de densidad de los lodos.

1.2.3 VISCOSIDAD.

La viscosidad de los lodos, es un factor sustancial en el análisis de las muestras, genera información sobre los mecanismos que se debe utilizar para obtener un flujo adecuado en los equipos, ya que la capacidad de fluir de los lodos es baja debido a las características que presenta, como: contenido de partículas sólidas, alta densidad y bajo contenido de agua.

La viscosidad se produce por efecto de corte de una capa de fluido al deslizarse sobre otra y es muy distinta a la tracción molecular. La viscosidad es causada por la fricción interna del fluido y es afectada por la presión. Esta resistencia interna da como resultado una transferencia de energía de traslación de una capa de fluido a la siguiente cuando el fluido se pone en movimiento por acción de una fuerza aplicada.⁽¹⁴⁾

En este principio se basa el equipo donde se determinó la viscosidad de las muestras de lodos, este equipo es el viscosímetro sicroelectrónico de Brookfield modelo LTV (fig. 1.2).

Esta unidad es del tipo rotacional y cuenta con un motor de baja velocidad que hace rotar un husillo de tipo especial en el seno del fluido y la fuerza requerida para que gire éste nos da el valor de viscosidad, esto mediante un resorte calibrado.

Este equipo cuenta con siete husillos diferentes que se emplean dependiendo de las características de fluido. El equipo tiene un regulador de velocidad con lo que se pueden manejar viscosidad tanto para líquidos ideales como para los que no siguen este comportamiento.

El aparato contiene una escala de 0 a 100 con una precisión de ± 0.25 . Si es posible se deben utilizar diferentes husillos en diferentes velocidades para tener resultados de mayor confianza. Los valores obtenidos de las lecturas deben multiplicarse por un factor que el fabricante proporciona para obtener los valores en las unidades correspondientes (centipoise).

Para el análisis de viscosidad, la muestra se homogeniza perfectamente, el equipo se debe colocar nivelado (esto se logra con ayuda de una burbuja que se encuentra a la derecha del equipo), la aguja que marca la viscosidad debe encontrarse en cero y el husillo debe estar sumergido hasta la marca indicada, por último se recomienda empezar con una velocidad baja, hasta encontrar una donde los resultados se encuentren de preferencia a la mitad del intervalo de lecturas. Es importante dar un tiempo de estabilización antes de tomar cada lectura (aproximadamente 2 min).

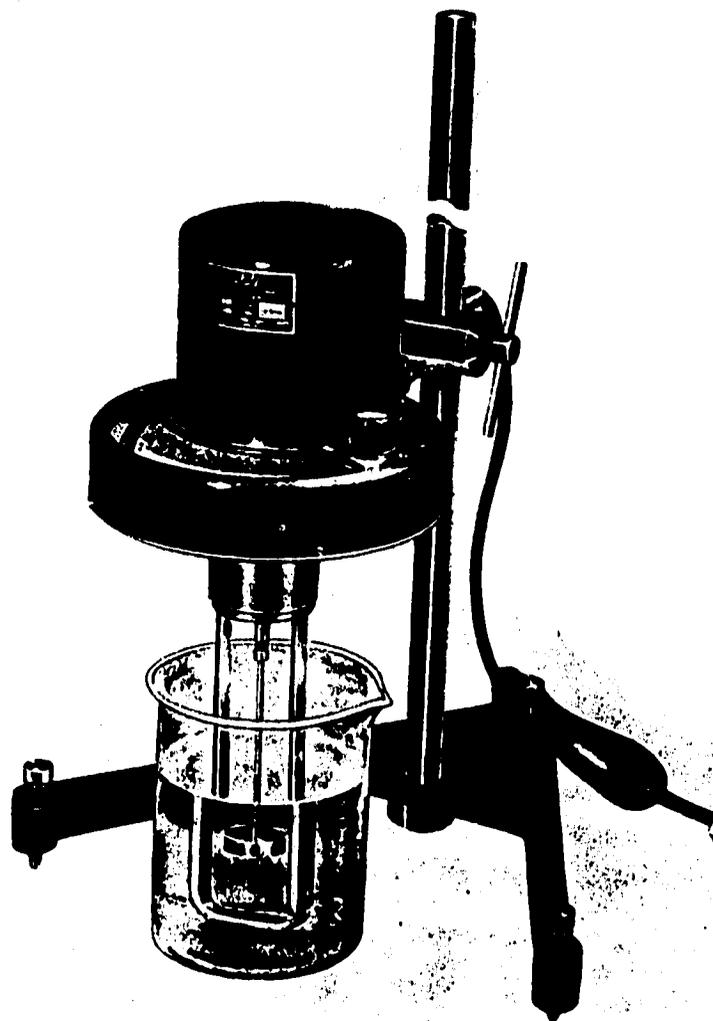


Figura 1.2 Viscosímetro sicroelectrónico Brookfield.

Las determinaciones se realizaron a 22°C y los resultados se muestran en la tabla siguiente:

NÚMERO DE MUESTRA	RESULTADO
1	212.0*10 ³
2	218.0*10 ³
3	192.0*10 ³
4	204.0*10 ³
5	208.0*10 ³
PROMEDIO	206.8*10 ³

Tabla 1.3 Resultados de viscosidad de los lodos. Husillo No. 4 y velocidad de 1.5 R.P.M.

1.2.4 CANTIDAD DE GRASA CONTENIDA EN LOS LODOS.

El cobre en forma de finos es altamente activo a lo largo de toda su superficie, ya que al estirar el alambre de cobre se producen partículas con superficies nuevas capaces de adsorber los aceites de la emulsión; esta adsorción de aceite por parte de la superficie en la mayoría de los casos cubre su totalidad y después de un tiempo puede reaccionar con el cobre.

Para determinar la cantidad de grasa adsorbida en las partículas de cobre, se recurrió a operaciones de extracción líquido-líquido empleando los disolventes más comunes en el mercado nacional, como: metil-etil cetona, tetracloruro de carbono, clorobenceno, benceno, tolueno, acetona, éter, entre otros.

Los disolventes de compuestos clorados (Tetracloruro de carbono, clorobenceno y percloroetileno), presentaron reacción con los lodos de cobre; lo que se observó con la aparición de precipitados de color verde en el instante de adicionar el disolvente durante la extracción. Por tal motivo fueron eliminados como primera etapa de selección.

De los disolventes utilizados se seleccionaron los que presentaron mayor solubilidad con los aceites de la emulsión, no reaccionaron con el cobre y los que no formaron precipitado con las grasas. De esta selección resultaron como mejores disolventes el tolueno, benceno, hexano, ciclohexano y el alcohol isopropílico. De los cinco el que proporcionó los mejores resultados de extracción fue el benceno, pero debido a que es un disolvente peligroso y altamente tóxico se optó por utilizar el alcohol isopropílico para hacer las pruebas y determinar la cantidad de grasa contenida en los lodos.

Para realizar esta operación, se toma una muestra de lodos y se somete a un tratamiento de secado con el fin de eliminar totalmente el agua, se separan de 2 a 3 gr de lodos en una caja Petri dejándolos expuestos al medio ambiente por un periodo de 24 a 48 hr dependiendo de la cantidad de agua que contenga la muestra: una alternativa puede ser, colocar la muestra en una mufla a 50°C con vacío por aproximadamente 4 hr. Pero se recomienda mantener controlada la temperatura, de lo contrario el cobre puede generar una reacción de oxidación.

Una vez seca la muestra se tomó 1 gr y se colocó en el equipo de filtración "MILLIPORE", se lavó con aproximadamente 250 ml. de alcohol isopropílico y se hizo vacío para filtrar el alcohol a través de los lodos, después de este tratamiento se retiró la muestra dejando evaporar el alcohol remanente, una vez eliminado, se

determinó su peso y por diferencia con la muestra original se calculó el porcentaje de grasa extraída con el disolvente. (Fig. 1.3)

De esta prueba se determinó que:

- 1) De los disolventes el de mejores resultados es el benceno pero por razones de seguridad se utilizó el alcohol isopropílico.
- 2) La cantidad de grasa contenida en los lodos es aproximadamente de 45 %.
- 3) Que la limpieza de los lodos no puede ser por medio de solventes ya que son de alto costo, de recuperación complicada y de riesgo en cuanto a seguridad.

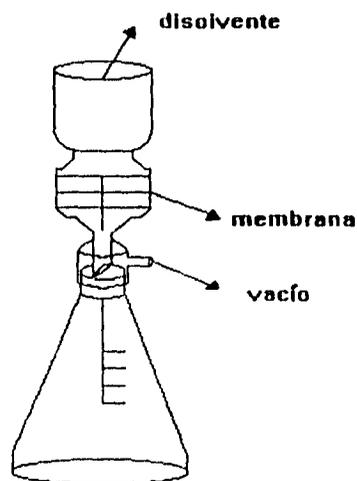


Fig. 1.3 Equipo para filtración MILLIPORE.

1.2.5 DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE PARTÍCULA.

Este parámetro como los anteriores es de gran interés, ya es un indicador directo del funcionamiento y de las características del proceso, indica si la emulsión, los dados y el alambre de cobre están realizando un trabajo conjunto adecuado, ya que al analizar el tamaño de las partículas de cobre se puede definir la eficiencia del proceso.

Para determinar la distribución del tamaño de las partículas, se tomó una muestra de finos de cobre exenta de aceite (del tratamiento con disolvente), la cual se pesó y se colocó en una batería de mallas iniciando por la malla 100 hasta la malla 400, se agregó agua durante 3 hr, lo que hizo posible que los finos de cobre corrieran libremente hasta que debido a su tamaño ya no fuera posible pasar a malla inferior, en seguida se separaron las mallas y se dejaron secar de 24 a 48 hr a temperatura ambiente. Posteriormente se retiraron las partículas de cobre de cada malla y se determinó su peso. Con esto podemos identificar el intervalo de tamaño donde se encuentra la mayoría de las partículas de cobre. (fig. 1.4)

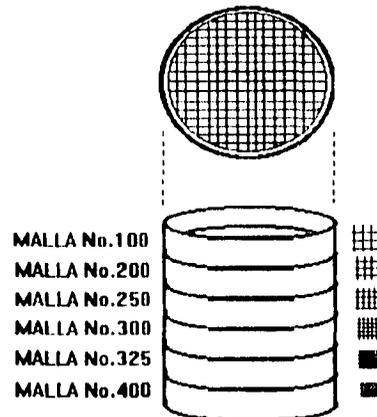


Fig. 1.4 Esquema del acomodo de mallas de acuerdo a su tamaño de poro.

La tabla 1.4, muestra la distribución de tamaño de partícula de un tratamiento completo de extracción de grasa realizado en el laboratorio, donde se puede verificar que aproximadamente el 90 % del total de las partículas, cuenta con un tamaño inferior a la malla 250 (0.0061 mm).

No. de malla	% de finos retenidos
100	5.07
200	3.92
250	0.40
300	58.15
325	15.65
400	15.80

Tabla 1.4 Resultados de la primera distribución de partículas.

La tabla 1.5 expone los resultados de la distribución de tamaño de partícula de un tratamiento realizado en una máquina aislada en prueba piloto, donde se aprecia cierta variación con los resultados expuestos en la tabla 1.4 ya que, más del 85 % de las partículas fueron retenidas por las mallas 100 y 200 dejando ver la existencia de partículas de mayor tamaño que las encontradas en el análisis de laboratorio.

No. de malla	% de cobre retenido
100	59.20
200	27.47
250	0.56
300	9.63
325	1.13
400	1.98

Tabla 1.5 Resultado de la distribución de partículas (prueba C13-2).

Al comparar las tabla 1.4 y 1.5, se observa un comportamiento que difiere en cada caso, esto debido al uso de diferentes aceites lubricantes en la emulsión y distintas características dentro del proceso (tipo de máquina). La tabla 1.4 muestra una distribución con tendencia hacia partículas inferiores (mallas 300, 325 y 400) lo que indica un desempeño eficiente de la emulsión en el punto de impacto durante el estirado del alambre. Sin embargo, la tabla 1.5 muestra una distribución bimodal causada por un incremento inadecuado en la fricción durante el proceso de estirado lo que origina un incremento de partículas de mayor tamaño.

En el capítulo 2 se abunda sobre algunas de las características vistas a lo largo de este capítulo, principalmente la determinación de grasa vía disolventes por medio del proceso de extracción líquido-líquido. En donde se realiza un análisis exhaustivo de las características de los disolventes más comunes en el mercado nacional, así como de su poder disolvente para con los aceites de los lodos.

CAPITULO 2

SELECCIÓN DEL DISOLVENTE EN LA EXTRACCIÓN DE ACEITE.

2.1 EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO.

En la industria química, la extracción con disolventes es un proceso de separación al que sólo lo supera en importancia la destilación.^(19,20) Las extracciones con disolventes se clasifican en absorción de gases, extracción líquido-líquido y lixiviación, dependiendo si el material que se trata con disolvente es un gas, un líquido o un sólido.

La extracción líquido-líquido, es un proceso de separación de los componentes de una disolución líquida por contacto con un disolvente capaz de solubilizar un componente de la disolución y originar una separación de fases.

El fundamento de este proceso se debe a la diferencia de solubilidades de los compuestos en la interfase y las fuerzas que interactúan, se basan en el proceso de partición, el cual comprende un equilibrio de distribución al que se le pueden aplicar relaciones termodinámicas.⁽²¹⁾

Para evaluar adecuadamente las relaciones termodinámicas en el proceso de extracción líquido-líquido, se deben considerar factores tales como: polaridad, interacción molecular, formación y ruptura de puentes de hidrógeno, volumen molar y parámetro de solubilidad, los cuales se agrupan en el término conocido como energía libre de disolución $\Delta G_{\text{disolución}}$. Ec.2.1

La dilución de un material en un disolvente es acompañada de un cambio en la energía libre, $\Delta G_{\text{disolución}}$. Para que un material sea soluble, $\Delta G_{\text{disolución}}$ debe ser negativo y se expresa con la siguiente relación termodinámica simple:

$$\Delta G_{\text{disolución}} = \Delta H_{\text{disolución}} - T\Delta S_{\text{disolución}}. \quad 2.1$$

donde $\Delta H_{\text{disolución}}$ y $\Delta S_{\text{disolución}}$ son la entalpía y entropía de disolución, respectivamente, y T es la temperatura absoluta. El término $\Delta H_{\text{disolución}}$ se relaciona con la intensidad relativa de las fuerzas (puentes de hidrógeno, interacciones dipolo-dipolo, etc.,) entre moléculas de disolvente o entre moléculas de soluto y entre una molécula de soluto y una molécula de disolvente.

2.2 PARÁMETRO DE SOLUBILIDAD.

Un método para predecir solubilidades incluye el parámetro de interacción de Flory-Huggins⁽¹⁰⁾ y las medidas de polaridad. Las más útiles han sido el parámetro de solubilidad, δ , que es la energía potencial de 1 cm³ de material, y la densidad de energía de cohesión, que es el cuadrado del parámetro de solubilidad.⁽⁹⁾ La densidad de energía de cohesión, δ^2 , se puede calcular a partir del calor latente de vaporización ΔH_v cal/mol, o de tensión superficial, dinas cm⁻¹ por medio de las siguientes relaciones:

$$\delta^2 = \frac{\Delta H_v - RT}{v} = \frac{14\sigma}{(v)^{1/3}} \quad 2.2$$

donde R es la constante de los gases (cal mol⁻¹ K⁻¹), T es la temperatura absoluta y v es el volumen molar (cm³ mol⁻¹). Las unidades de δ^2 son cal cm⁻³ y las de δ son cal^{1/2} cm^{-3/2}. Esta última unidad se llama Hildebrand.

El calor latente de vaporización y la tensión superficial de un líquido son medidas de fuerzas de atracción molecular. Un calor latente elevado, implica un alto grado de interacción, alto valor de tensión superficial y en algunos casos alto punto de ebullición.

La densidad de energía de cohesión y el parámetro de solubilidad de los disolventes polares se relacionan con puentes de hidrógeno y con la polaridad así como con las fuerzas de dispersión. Los compuestos que tienen oxhidrilos, carboxilos y grupos amina y amida se asocian por puentes de hidrógeno. Para que el material se disuelva, estos puentes deben romperse, pero su ruptura no sólo requiere un disolvente con un parámetro de solubilidad alto para igualar al del material con puentes de hidrógeno, sino uno que por sí mismo pueda formar puentes de hidrógeno. Estos pueden entonces sustituir a algunos de los puentes de hidrógeno entre las moléculas de soluto. Por tanto, debe tenerse en consideración la capacidad de formación de puentes de hidrógeno por parte del disolvente, lo mismo que el parámetro de solubilidad.

De los disolventes, los hidrocarburos tienen una baja capacidad de formación de puentes de hidrógeno, los ésteres y cetonas tienen capacidad intermedia y los alcoholes y aminas están fuertemente asociados por puentes de hidrógeno.

Con frecuencia los mejores resultados se obtienen con una mezcla de disolventes, por ejemplo la combinación alcohol-hidrocarburo. Un alcohol puede dispersar los aglomerados de una grasa formando puentes de hidrógeno.

Los líquidos de moléculas pequeñas son mejores disolventes que los de moléculas grandes y proporcionan soluciones de menor viscosidad, lo que es una medida del poder disolvente. Así, en una serie homóloga hay una rápida disminución del poder disolvente y un incremento de viscosidad al aumentar el peso molecular.

Entre los disolventes la tensión superficial varía desde 18 dinas cm^{-1} para los hidrocarburos alifáticos, hasta 30 dinas cm^{-1} en disolventes oxigenados. Estos valores son inferiores a la mayoría de grasas y polímeros, lo que propicia un decremento en la tensión superficial de la disolución.

DISOLVENTE.	TENSIÓN SUPERFICIAL. din/cm
Etil-metil cetona.	24.60
Tetracloruro de carbono.	25.00
Clorobenceno.	33.10
Percloroetileno.	33.28
Tolueno.	30.00
Benceno.	28.18
Isopropanol.	21.70
Ciclohexano.	24.38
Hexano.	17.90
Heptano.	19.80
Acetona.	23.70
Ether.	16.96
Cloro-Benzol.	33.0

Tabla 2.1 Datos de tensión superficial.⁽²²⁾

2.2.1 PARÁMETRO DE SOLUBILIDAD Y VOLUMEN MOLAR EN LA DISOLUCIÓN.

Si hablamos de solubilidad debemos mencionar los dos factores que influyen dentro de este mecanismo, los cuales son: el volumen molar y la diferencia en el parámetro de solubilidad. Como se muestra en la ec. 2.3, una sustancia puede ser soluble en otra si sus volúmenes molares son similares aún si sus parámetros de solubilidad difieren y viceversa, si ahora encontramos tanto parámetros de solubilidad como volúmenes molares similares, tendremos entonces lo que se conoce como una disolución ideal.

$$\Delta H_{\text{disolución}} = V\Phi_1\Phi_2(\delta_1 - \delta_2)^2 \quad 2.3.$$

$$\Phi_1 = \frac{v_1x_1}{v_1x_1 + v_2x_2} \quad 2.4$$

$$v_i = \frac{PM_i}{\rho_i} \quad 2.5$$

Donde: V = Volumen molar de la mezcla.
 Φ_1 y Φ_2 = Fracciones de cada componente.
 δ_1 y δ_2 = Parámetros de solubilidad de cada componente.
 v_i = Volumen molar del componente i
 x_i = Fracción mol del componente i
 ρ_i = Densidad
 PM_i = Peso molecular.

Podemos decir entonces que en este caso, los aceites presentes en los lodos tiene un parámetro de solubilidad similar al de los disolventes, por tal motivo se logró un desarrollo apropiado en el proceso.

2.3 TÉCNICA DE SELECCIÓN DEL DISOLVENTE APROPIADO.

Para la selección del disolvente óptimo en la determinación de grasa de los finos de cobre, se toman en cuenta diversos factores como: que los disolventes no reaccionen con los aceites y grasas, que no se formen precipitados de ninguna especie y que el parámetro de solubilidad sea el que proporcione los mejores resultados.

Se tomó una muestra de lodos de 5 gr, previamente secos mediante su estancia en la mufla durante 30 min a una temperatura de 50° C agregando posteriormente 50 mL de disolvente. Esta mezcla se somete a agitación durante 15 min a temperatura ambiente y se observa si el disolvente no ha reaccionado con el cobre de los lodos. Si no reaccionó se somete a un proceso de filtración con ayuda del equipo MILLIPORE que posee una zona para colocar la membranas de teflón con tamaño de poro de 0.45 μ cuyo funcionamiento se realiza por medio de vacío.

Se tiene que verificar que el disolvente después de filtrado no reaccione con la grasa o forme precipitado. Si esto sucede indica que el disolvente no diluye la grasa y es probable que parte de ella se haya quedado retenida en la membrana del filtro por la reacción instantánea con el disolvente.

Si no se forma precipitado, el siguiente paso es esperar que el disolvente residual contenido en los finos de cobre se elimine por evaporación, esto se realiza dejando reposar la muestra durante 2 hr al cabo de las cuales se determina su peso, se compara este valor con el inicial de 5 gr y se obtiene el porcentaje de grasa extraída con dicho disolvente.

Hasta ese momento, el procedimiento fue útil para identificar disolventes que no reaccionan con la grasa ni con el cobre. Sin embargo, se observó que los valores de extracción de grasa no eran del todo satisfactorios y por tal motivo se recurrió al uso de un equipo de reflujo con disolvente continuo (SOXLHET). Fig. 2.1.

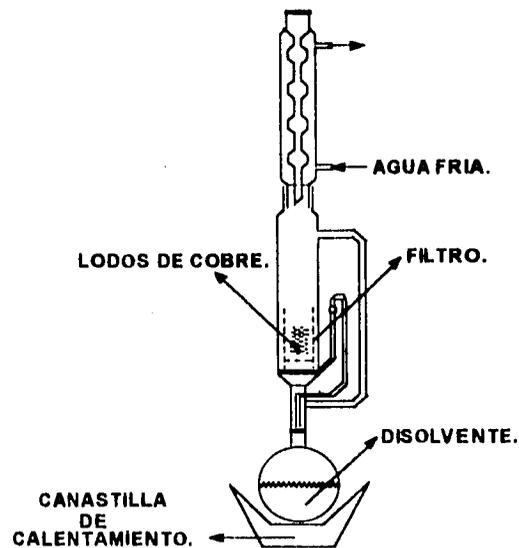


Figura 2.1 Equipo de extracción continua SOXLHET.

El equipo soxlhet realiza una extracción continua, utilizando un volumen fijo de disolvente, el cual pasa varias veces por la muestra a tratar. Se basa en el principio de la extracción líquido-líquido repetitivo, en el que el disolvente orgánico circula en el sistema por medio de su destilación. Pero el retorno del disolvente al matraz colector donde se destila no se hace continuamente, sino por etapas. Cuando la cámara de extracción se llena de disolvente hasta un determinado nivel, un sifón lateral envía prácticamente todo el volumen del disolvente al matraz.

Hasta ese momento, el procedimiento fue útil para identificar disolventes que no reaccionan con la grasa ni con el cobre. Sin embargo, se observó que los valores de extracción de grasa no eran del todo satisfactorios y por tal motivo se recurrió al uso de un equipo de reflujo con disolvente continuo (SOXLHET). Fig. 2.1.

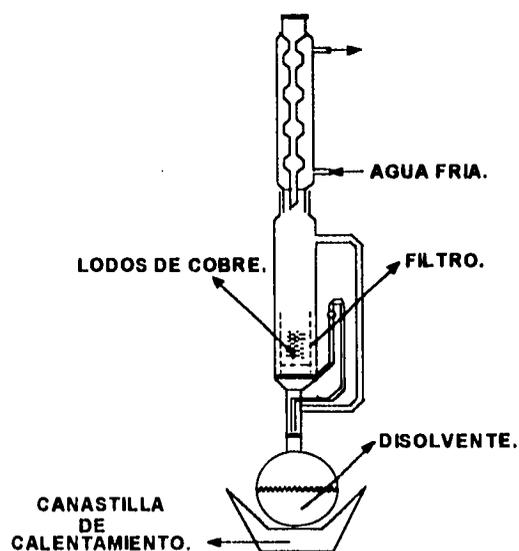


Figura 2.1 Equipo de extracción continua SOXLHET.

El equipo soxlhet realiza una extracción continua, utilizando un volumen fijo de disolvente, el cual pasa varias veces por la muestra a tratar. Se basa en el principio de la extracción líquido-líquido repetitivo, en el que el disolvente orgánico circula en el sistema por medio de su destilación. Pero el retorno del disolvente al matraz colector donde se destila no se hace continuamente, sino por etapas. Cuando la cámara de extracción se llena de disolvente hasta un determinado nivel, un sifón lateral envía prácticamente todo el volumen del disolvente al matraz.

De 14 disolventes analizados en la primera etapa del procedimiento, se rechazaron 9 por presentar algún tipo de reacción con la muestra o por no solubilizar la grasa al presentar bajos resultados de extracción.

De los disolventes restantes, el que presentó mejores resultados de extracción fue el benceno (en la tabla 2.2 se puede observar claramente esta caracterización), pues no reacciona con el cobre y puede arrastrar la mayor cantidad de grasa de los lodos. Sin embargo se rechazó debido a sus posibles efectos tóxicos y su alta inflamabilidad.

El disolvente seleccionado para cuantificar el contenido de aceite y grasa, fue el alcohol isopropílico, ya que además de extraer un contenido de aceite similar al benceno, es el que presenta menor riesgo para su manejo comparado con las otras alternativas, tiene un ΔH_v elevado lo que implica un alto grado de interacción molecular y alta capacidad para formar puentes de hidrógeno además posee un parámetro de solubilidad que favorece la disgregación de aceite durante el proceso.

PRUEBAS CON DISOLVENTES.**CONDICIONES:**

15 min. Agitación.
 50 ml. Solvente.
 5 gr. Lodos.
 T Amb: 22.5°C.

Disolvente	Reacción	Extracción	Grasa
Metil-etil cetona.	Parcialmente soluble.	No presenta.	No presenta.
Tetracloruro de carbono.	Parcialmente soluble.	Presenta.	Presenta.
Clorobenceno.	Parcialmente soluble.	Presenta.	Presenta.
Percloroetileno.	Parcialmente soluble.	Presenta.	Presenta.
Tolueno.	Soluble.	No presenta.	No presenta.
Benceno.	Soluble.	No presenta.	No presenta.
Isopropanol.	Soluble.	No presenta.	No presenta.
Ciclohexano.	Soluble.	No presenta.	No presenta.
Hexano.	Soluble.	No presenta.	No presenta.
Heptano.	Parcialmente soluble.	Presenta.	No presenta.
Acetona.	Insoluble.	No presenta.	No presenta.
Gas-Nafta-Tolueno.	Insoluble.	Presenta.	Presenta en alto grado.
Ether.	Parcialmente soluble.	No presenta.	No presenta.
Cloro-Benzol.	Parcialmente soluble.	Presenta.	Presenta.

Tabla 2.2 Caracterización de los disolventes en las pruebas de extracción de grasa.

El solvente óptimo es el Benceno. No reacciona con partículas de cobre y su grado de extracción con respecto a la grasa es el más alto.

El contenido de grasa en promedio total del lote de la muestra de lodos, resultó ser:

LODOS → COBRE: 55.07%
 GRASA: 44.93%

El parámetro de solubilidad (δ), representa la capacidad del disolventes para separar sustancias. Esta característica también alentó la selección del alcohol isopropílico, ya que cuenta con el valor más cercano al benceno de los disolventes alternativos en selección. La tabla 2.3 presenta valores de parámetro de solubilidad total de los disolventes utilizados así como la contribución por dispersión (d) momento dipolar (p) y puentes de hidrógeno (h).

DISOLVENTE.	δ_d	δ_p	δ_h	PARÁMETRO DE SOLUBILIDAD TOTAL δ_t
Tolueno.	16.4	8.0	1.6	18.2
Benceno.	16.1	8.6	4.1	18.7
Isopropanol.	14.0	9.8	16.0	19.1
Ciclohexano.	16.5	3.1	0.0	16.8
Hexano.	14.9	0.0	0.0	14.9

Tabla 2.3 Datos de parámetro de solubilidad.⁽¹⁷⁾

Al analizar del parámetro de solubilidad total, encontramos gran similitud en los valores del benceno y el alcohol isopropílico, sin embargo, al desglosar este parámetro podemos observar que la contribución debida a puentes de hidrógeno difiere en todos los casos y si bien la diferencia entre el benceno y el alcohol isopropílico es considerable, ambos comparten los valores más altos en este género; al observar la contribución por momento dipolar, notamos un comportamiento similar, pero en el caso de la contribución por dispersión se observan valores que difieren. Por último, es probable que la contribución tanto por puentes de hidrógeno como la debida a momento dipolar sean las de mayor peso en el comportamiento del disolvente y por este motivo se puedan emplear indistintamente con las mismas características.

2.4 FACTORES QUE INTERVIENEN EN LA DISOLUCIÓN.

Existen otros factores que afectan el comportamiento de la disolución, tales como: fuerzas intermoleculares, polaridad, asociación electrónica, energía de cohesión, fuerzas de dispersión, interacciones físicas, entre otras.^(10,19)

También se debe considerar para la elección del disolvente, el punto de ebullición, la volatilidad, la inflamabilidad y la toxicidad, por que de ellos depende su manejo y su recuperación. Estos factores se pueden analizar en la tabla 2.4

DISOLVENTE	PUNTO DE EBUJACIÓN	P.M.	$\Delta H_{\text{vap}} = \left(\frac{\text{cal}}{\text{g}} \right)$	$\mu = \text{cp}$	INFLAMABILIDAD Y TOXICIDAD
Tolueno.	110.6	92.13	86.0	0.58	Tóxico por ingestión 100 ppm
Benceno.	80.1	78.11	94.3	0.66	Muy tóxico daños irreversibles
Isopropanol.	82.4	60.09	159.4	2.08	Mediano índice de inflamabilidad
Ciclohexano.	80.16	84.16	86.0	0.94	Muy inflamable
Hexano.	68.7	86.17	82.0	0.25	No tóxico por absorción

Tabla 2.4 Datos de utilidad para la recuperación de disolventes.

Se puede observar, que es difícil la elección adecuada del disolvente que proporcione los mejores resultados de extracción de aceite, debido a la gran cantidad de parámetros y características que se deben considerar. Lo recomendable es encontrar el mejor candidato por medio de pruebas de laboratorio o estudiar otras alternativas como la extracción de aceite vía tensoactivos.

CAPITULO 3

TENSOACTIVOS, DETERGENCIA Y EMULSIONES.

3.1 TENSOACTIVOS.

La interfase* es una zona de alta energía, debido a que la distribución de fuerzas entre moléculas del fluido no es homogénea como ocurre en el bulto de la solución. En la superficie las moléculas se encuentran en desequilibrio debido al contacto con otra fase que tiene un tipo de atracción diferente entre sus moléculas.(fig. 3.1) Sin embargo cuando se adiciona tensoactivo los monómeros se van agregando uno junto a otro de manera ordenada en la superficie hasta equilibrar las diferencias energéticas quedando una parte de estos solvatada en uno de los fluidos y la otra orientada o sumergida en la otra fase.⁽⁴⁾(fig. 3.2)

Los tensoactivos son compuestos químicos que tienen una estructura en común, que consiste en una larga cadena no polar, casi siempre una cadena hidrocarbonada, soluble en aceite pero insoluble en agua (parte hidrofóbica) y otra parte insoluble en aceite pero solubles en agua (parte hidrofílica).⁽¹⁾

En el caso de encontrarse disuelto en agua o en otro disolvente, se orientan en la interfase entre el líquido y una fase sólida, líquida o gaseosa, modificando las propiedades de la interfase (abaten la tensión superficial e interfacial).⁽⁸⁾

* Muchos autores usan el termino superficie para describir el limite entre una fase liquida y una fase gaseosa, e interfase para el limite entre dos fases liquidas. En este capítulo se emplearan indistintamente ambos términos.

CAPITULO 3

TENSOACTIVOS, DETERGENCIA Y EMULSIONES.

3.1 TENSOACTIVOS.

La interfase^{*} es una zona de alta energía, debido a que la distribución de fuerzas entre moléculas del fluido no es homogénea como ocurre en el bulto de la solución. En la superficie las moléculas se encuentran en desequilibrio debido al contacto con otra fase que tiene un tipo de atracción diferente entre sus moléculas. (fig. 3.1) Sin embargo cuando se adiciona tensoactivo los monómeros se van agregando uno junto a otro de manera ordenada en la superficie hasta equilibrar las diferencias energéticas quedando una parte de estos solvatada en uno de los fluidos y la otra orientada o sumergida en la otra fase.⁽⁴⁾ (fig. 3.2)

Los tensoactivos son compuestos químicos que tienen una estructura en común, que consiste en una larga cadena no polar, casi siempre una cadena hidrocarbonada, soluble en aceite pero insoluble en agua (parte hidrofóbica) y otra parte insoluble en aceite pero solubles en agua (parte hidrofílica).⁽¹⁾

En el caso de encontrarse disuelto en agua o en otro disolvente, se orientan en la interfase entre el líquido y una fase sólida, líquida o gaseosa, modificando las propiedades de la interfase (abaten la tensión superficial e interfacial).⁽⁸⁾

* Muchos autores usan el termino superficie para describir el limite entre una fase líquida y una fase gaseosa, e interfase para el limite entre dos fases líquidas. En este capitulo se emplearan indistintamente ambos términos.

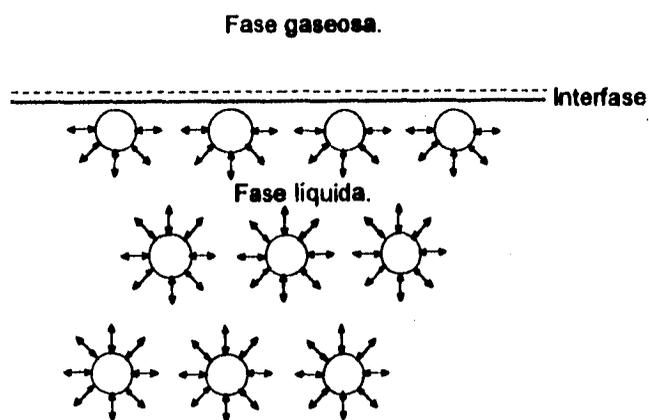


Fig.3.1 Muestra la distribución de fuerzas entre las moléculas tanto en la superficie como en el bulto del fluido.

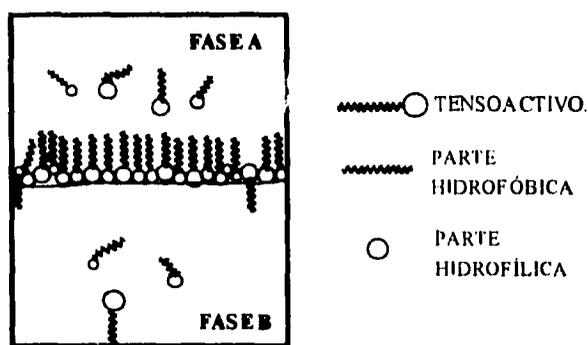
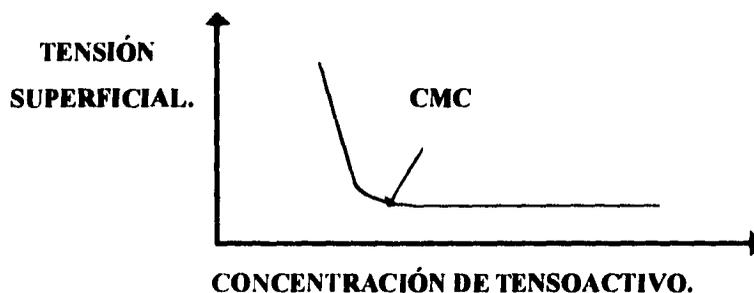


Fig. 3.2 Acomodo de las moléculas de tensoactivo en la interfase de un fluido no polar (A) y otro polar (B).

Las moléculas de tensoactivo poseen una tendencia natural a acumularse en la zona inhomogénea o interfase para adquirir un estado de disminución de energía, una vez saturada esta zona, la dirección energética preferencial de los tensoactivos es formar agregados moleculares en el bulto de la solución, promoviendo

nuevamente un decremento en la energía del sistema, este fenómeno se puede observar de muchas maneras, una de ellas se aprecia cuando al determinar la tensión superficial se llega a un punto donde se mantiene constante conocido como concentración micelar crítica (CMC) la cual es una referencia indicativa del inicio de formación de micelas. (graf.3.1)



Gráfica 3.1 Comportamiento de la tensión superficial al adicionar un tensoactivo en un fluido.

Al aumentar la concentración de tensoactivo por arriba de la CMC los monómeros se agrupan formando lo que se conoce como micelas, las cuales aparecen debido a que el sistema presenta un desequilibrio y mediante este mecanismo se estabiliza el sistema. Las micelas son aglomerados de moléculas de tensoactivos donde los grupos hidrofílicos se encuentran en el exterior de su estructura y los hidrofóbicos en el interior (en el caso del agua). Si se continúa agregando tensoactivo se formarán agregados micelares que posteriormente formarán cristales líquidos liotrópicos de forma lamelar, hexagonal o cúbica. (fig. 3.3 y 3.4)

Gracias a este fenómeno y debido a que la energía de la interfase disminuye, los tensoactivos son de gran utilidad para diversos procesos en la formación de coloides, emulsiones, suspensiones, dispersiones, aerosoles o espumas.

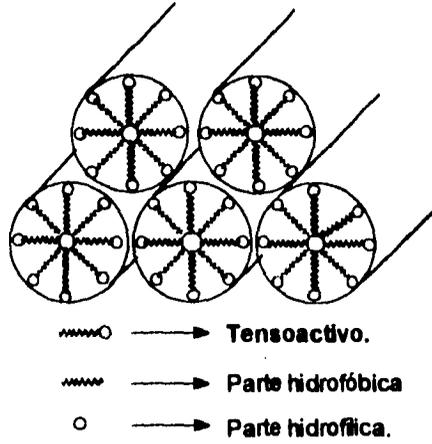


Fig. 3.3 Formación de agregados micelares en su forma hexagonal.

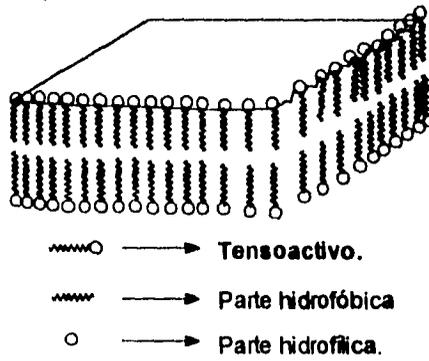


Fig. 3.4 Lamela constituida por acumulación de micelas de tensoactivo.

3.2 CLASIFICACIÓN DE TENSOACTIVOS.

Los tensoactivos se clasifican químicamente de acuerdo con sus grupos hidrofílicos en: aniónicos, catiónicos, no iónicos o anfotéricos.⁽⁸⁾ Cuando los tensoactivos se utilizan como agentes limpiadores, normalmente se mezclan con diversos aditivos para mejorar su función y estas formulaciones se conocen con el nombre de detergentes.

Una clasificación de los tensoactivos de acuerdo con su grupo funcional y su importancia en la industria puede ser:

3.2.1 ANIÓNICOS.

a) Ácidos carboxílicos.

1.- El carboxilo unido directamente a grupos hidrofóbico ó a través de un enlace intermedio.

b) Ésteres del sulfúrico. (Sulfatos)

1.- El sulfato unido directamente a grupos hidrofóbicos ó a través de un enlace intermedio.

c) Ácidos sulfónicos alquilaromáticos.

1.- El grupo hidrofóbico unido directamente al núcleo aromático sulfonado ó a través de un enlace intermedio.

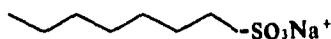
d) Ácidos sulfónicos alcanos.

1.- El grupo sulfónico unido directamente a grupos hidrofóbicos ó a través de un enlace intermedio.

e) Grupos mixtos aniónicos hidrofílicos.

- 1.- Fosfatos y ácidos fosfóricos.
- 2.- Persulfatos, tiosulfatos, etc.
- 3.- Sulfonamidas.
- 4.- Ácidos sulfónicos etc.

Un ejemplo de este tipo de tensoactivos se muestra a continuación.⁽⁴⁾



En la actualidad el detergente sintético aniónico de mayor importancia es el dodecilbenceno lineal, que se obtiene por alquilación de benceno con un dodeceno de cadena lineal, el doble enlace no necesariamente se encuentra en la posición terminal. Muchos tensoactivos aniónicos comerciales y algunos no iónicos se hacen a base de alcoholes primarios de cadena lineal y alcoholes secundarios. La cadena lineal confiere biodegradabilidad y la tecnología para producir materiales de cadena lineal ha recibido impulso por la preocupación con respecto a la contaminación con detergentes.

Los sulfatos de alcoholes son muy usados en aplicaciones especiales en donde la propiedad de alta formación de espuma es de importancia. El lauril sulfato de sodio es el constituyente principal de shampoos y cosméticos y el laurilglicerilsulfato de sodio, es utilizado también en estos y además en pastas dentíficas y pastas anticonceptivas.

3.2.2 -CATIONICOS.

a) Sales de aminas. (Primarias, secundarias y terciarias.)

1.- Grupo amino unido directamente al grupo hidrofóbico ó a través de un grupo intermedio.

b) Compuestos de amonio cuaternarios.

1.- El nitrógeno unido directamente al grupo hidrofóbico o a través de un intermediario.

c) Otras bases nitrogenadas.

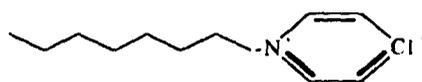
1.- Bases cuaternarias o no cuaternarias.

d) Bases no nitrogenadas.

1.- Compuestos de fosfonio.

2.- Compuestos de sulfonio.

Un ejemplo de este tipo de tensoactivos se muestra a continuación.⁽⁴⁾



Los tensoactivos cationicos generalmente, los de importancia industrial son compuestos grasos nitrogenados o de nitrógeno cuaternario. Estos son de poca utilidad en cuestión de limpieza por que la mayoría de las superficies tienen una carga negativa y los cationes se adsorben sobre ella en lugar de solubilizar la suciedad adherida. Sin embargo, debido a esta propiedad tienen numerosas

aplicaciones específicas, por ejemplo, las aminas y los compuestos cuaternarios inhiben el crecimiento de organismos monocelulares como las bacterias. Las moléculas se orientan en la interfase entre la membrana bacteriana y el agua o el aire. Esta película cerrada de dimensión molecular interfiere en la respiración del organismo y este muere. Entre sus principales aplicaciones se encuentran como: pastillas para la garganta por ser antisépticos y bactericidas, inhibidores de corrosión, suavizadores textiles, en procesos de flotación, en la recuperación de petróleo, etc.

3.2.3 NO IÓNICOS.

- a) Enlace del éter a grupos solubilizantes.
- b) Enlace ester-ester.
- c) Enlace amida-amida.
- d) Enlaces múltiples.

Un ejemplo de este tipo de tensoactivos se muestra a continuación.⁽⁴⁾



En los tensoactivos no iónicos la parte hidrofílica de la molécula no es un ion sino una cadena de polioxoetileno. La solubilidad en agua se debe a la capacidad de los átomos de oxígeno y del grupo hidroxilo de formar enlaces de hidrógeno en el agua.

Los tensoactivos no iónicos son excelentes agentes humectantes, compatibles tanto con aniónicos como con catiónicos, y no precipitan con los iones calcio-magnesio del agua dura. Todos los no iónicos etoxilados de alcoholes lineales son de alta biodegradabilidad comparado con los derivados del nonil-fenol. Tienen mejores propiedades de detergencia sobre muchos tipos de suciedad y sobre la mayoría de las telas, son especialmente buenos para eliminar las grasas corporales de las fibras sintéticas. Trabajan bien en el lavado en frío, tienen baja toxicidad y baja formación de espumas. Pueden elaborarse por completo con materias primas naturales. Se espera que sean los de mayor desarrollo entre los principales componentes de los detergentes.

3.2.4 ANFOTÉRICOS.

a) Amino y carboxi.

1.- Cuaternario y no cuaternario.

b) Amino y éster sulfúrico.

1.- Cuaternario y no cuaternario.

c) Amino y ácido alcano sulfónico.

d) Amino y ácido aromático sulfónico.

e) Combinación de varios grupos básicos y ácidos.

Un ejemplo de este tipo de tensoactivos se muestra a continuación.⁽⁴⁾



Los tensoactivos anfotéricos son un grupo de productos especializados que tienen tanto una carga positiva como una carga negativa en la misma molécula, o sea, existen como switteriones. Como tienen centros aniónicos y catiónicos pueden comportarse como tales, dependiendo del pH. cuando se encuentran cercanos a un pH de 7 son menos irritantes que los detergentes catiónicos o aniónicos y se utilizan en shampoos suaves. Son muy estables y funcionan en rangos grandes de pH.

3.2.5 AGENTES EMULSIFICANTES INSOLUBLES EN AGUA.

a) Grupo iónico y no iónico hidrofóbico.

Estos tensoactivos son usualmente llamados "tail"⁽⁴⁾ (grupos cola) y los más comunes son los grupos simples de hidrocarburos. Estos pueden ser cadenas alquiladas lineales de longitud aproximada de C₁₂ a C₂₀ con una cierta fracción de insaturación dependiendo del origen de la grasa.

Las familias de cadenas alquiladas no son fáciles de biodegradar y son los causantes de espumas en los ríos.

Por tal motivo no son de gran utilidad y pueden ser reemplazados por cadenas lineales de los alquil bencen sulfatos que sí son biodegradables.

Un ejemplo de este tipo de tensoactivos se muestra a continuación.⁽²⁾



En encuestas recientes sobre procesos industriales se demostró que los tensoactivos son el grupo con mayor aplicación en la industria química. Los tensoactivos no sólo son importantes como el constituyente activo de los agentes limpiadores (jabones, detergentes, etc.), que es su principal uso, sino también son vitales en la estabilización de emulsiones, en flotación, en la perforación de pozos petroleros y en muchas otras aplicaciones.

Si las moléculas de tensoactivo en disolución encuentran una molécula de grasa, los grupos hidrofóbicos se alinean fuera de esta y la constituyen dentro de una estructura tipo micelar, a este fenómeno se le conoce como *detergencia*.

3.3 FENÓMENO DE DETERGENCIA.

La función de los detergentes es eliminar la materia grasosa o suciedad de una superficie y evitar que esta vuelva a depositarse. La detergencia involucra la remoción de suciedad en la superficie sólida, incluyendo fibras y diversos materiales. La suciedad generalmente contiene aceites junto con materiales grasosos además de materia semejante a polvo, arcilla y carbón. Los aceites y las grasas son removidas por diferentes caminos y los mecanismos que predominan dependen del aceite en particular, especialmente si este es polar o no, o si se trata de moléculas complejas muy ramificadas de hidrocarburos pesados. Los detergentes tienen tres mecanismos para realizar la limpieza los cuales son: Solubilización, enrollamiento (roll-up)^(1,2,4) y emulsificación.

La solubilización consiste en la adsorción de tensoactivos en la interfase aceite/agua, la cual causa un abrupto cambio en el ángulo de contacto con la superficie sólida, con lo que se genera una disminución en el área interfacial del aceite y la suciedad, facilitando así su remoción con una suave agitación.

El mecanismo conocido como "roll-up" o enrollamiento puede ocurrir en el proceso de lavado cuando en una disolución micelar, el tensoactivo se utiliza para adsorberse rápidamente en la interfase aceite/agua, esto ocurre en la superficie cuando el tensoactivo el cual constituye las micelas se desprende y forma una monocapa en dicha interfase. En contraste la adsorción del tensoactivo en la interfase aceite/ sólido es relativamente baja, el tensoactivo tiene un orden difuso dentro del aceite y como resultado de esta difusión, la tensión en la interfase aceite/agua y sólido/agua son reducidas rápidamente comparadas con la interfase

aceite/sólido. El ángulo de contacto es controlado por el balance de estas tres tensiones; de acuerdo al siguiente criterio matemático:¹

Para un sistema donde se tiene aceite no polar el fenómeno de enrollamiento está determinado por la disminución del ángulo de contacto Θ de la siguiente forma.

$$F'_{s/o} = F'_{s/w} + \gamma_{o/w} * \cos \Theta \quad 3.1$$

donde:

Θ = ángulo de contacto.

$\gamma_{o/w}$ = tensión interfacial aceite/agua.

$F'_{s/w}$ = energía de superficie por unidad de área entre el sólido y el agua

$F'_{s/o}$ = energía de superficie por unidad de área entre el sólido y el aceite

Con Θ medido en el líquido.

Cuando tenemos una superficie sólida contaminada con aceite el ángulo de contacto se encuentra por arriba de 150° pero al adsorberse una monocapa de tensoactivo disminuye $F'_{s/w}$ y $\gamma_{o/w}$ aún más si es de cadena ramificada.

Esto hace que para tener un equilibrio Θ disminuye para que $\cos \Theta$ sea más positivo.

Cuando Θ tiende a cero, la monocapa de detergente es preferida energéticamente que la grasa en la superficie sólida y si $F'_{s/w}$ y $\gamma_{o/w}$ bajan lo

suficiente $\cos \Theta$ no podrá ser lo bastante positivo para volver al equilibrio y la grasa se desprenderá de la superficie.

El mecanismo conocido como "roll-up" facilita la separación del aceite en la interfase y lo lleva al seno de la disolución, donde estabiliza las partículas individuales de dicha suciedad como una dispersión en agua. fig. 3.5

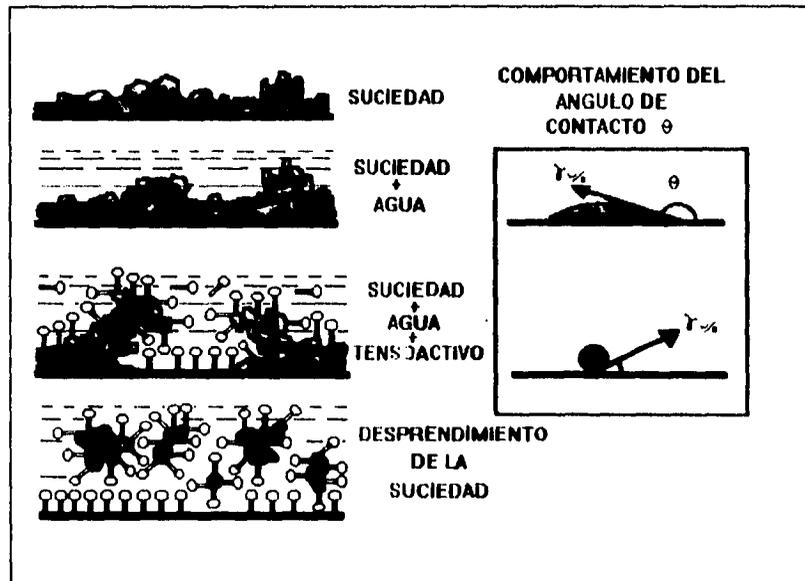


Fig. 3.5 Diagrama del fenómeno de detergencia y la variación en el ángulo de contacto entre el aceite y la superficie.

En una disolución micelar, los aceites pueden ser solubilizados dentro de las micelas, las cuales tendrán un tamaño aproximado de 40 a 500 Å⁽¹⁾, sin olvidar que la capacidad de este mecanismo es limitada ya que si se forman glóbulos mayores a 500 Å el sistema puede desestabilizarse.

La función de mayor importancia de los tensoactivos en la formulación de detergentes es la disminución de la tensión interfacial, esto promueve una rápida humectación y una penetración en la suciedad, que genera el desprendimiento de la grasa. La rápida adsorción en las interfases agua/aire y aire/sólido promueve el proceso de humectación. La formación de micelas en los tensoactivos puede también proporcionar una función importante de repelencia a corto tiempo.

Los tensoactivos son más eficientes para el trabajo de lavado cuando se encuentran en soluciones muy diluidas (del orden de la CMC:), debido a que en concentraciones elevadas, las moléculas se agrupan en el bulto de la disolución formando agregados micelares o cristales líquidos, que son grupos que proporcionan al sistema un estado energético estable, y por tal motivo las moléculas de tensoactivo no se pueden desprender de dichos grupos para depositarse en la suciedad, desprenderla o formar una emulsión.

Finalmente se puede producir una emulsión debido a que los tensoactivos que se depositan en la superficie abaten la tensión interfacial, solubilizan la grasa y promueven el fenómeno de enrollamiento, generando el desprendimiento de las partículas grasosas hacia el seno de la disolución en forma de glóbulos. Estos glóbulos se encuentran rodeados de tensoactivos impidiendo que se redepositen en la superficie sólida, (siempre que no se agote el tensoactivo) que se encuentra inactiva ya que tiene una monocapa de tensoactivo, además de que no se pueden agrupar con otras ya que adquieren una carga debida a la envoltura de tensoactivos. Si se logra dispersar la grasa de esta forma a lo largo de todo el fluido se formará una emulsión la cual puede ser estable o no dependiendo del balance hidrofílico-lipofílico (HLB) de las especies contenidas en la emulsión.

El mecanismo de emulsificación es asistido por dos factores adicionales que se encuentran presentes en el fenómeno de detergencia, estos son la agitación y el incremento de la temperatura los cuales reducen la viscosidad de los aceites y grasas.

3.4 EMULSIONES.

Una emulsión es un sistema que contiene dos fases líquidas, las cuales pueden ser inmiscibles o parcialmente miscibles. Las emulsiones son mezclas de líquidos donde uno de ellos se encuentra disperso en forma de finas gotas (glóbulos) con tamaño de partícula de aproximadamente $0.1\mu\text{m}$ en el otro líquido.⁽⁵⁾ Tales sistemas son turbios lechosos o coloridos y termodinámicamente inestables (pueden separarse en sus fases originales en periodos de tiempo largos), de ahí que en la formación de emulsiones se puedan usar tensoactivos o no, dependiendo de las necesidades de estabilidad que sean requeridas para su constitución. El líquido que forma los glóbulos se denomina fase interna o dispersa y el líquido en el que se encuentran contenidos se le da el nombre de fase externa o continua. Generalmente las emulsiones se hacen con agua, tensoactivos, aceites y/o grasas. Si el aceite se encuentra formando los glóbulos se dice que tenemos una emulsión aceite en agua (o/w) y si se encuentra de forma inversa se dice que se tiene una emulsión de agua en aceite (w/o).⁽¹²⁾

Para preparar una emulsión se deben tomar los líquidos y someterlos a una agitación a régimen turbulento (dependiendo de su viscosidad) de preferencia con una propela especial, que al ponerse en marcha corte a una de las fases con el fin de formar glóbulos sobre la otra. Si se realiza de esta manera es probable que se tenga una emulsión pero solo temporal que posteriormente se separará para formar dos fases.⁽¹⁾

También existen emulsiones espontaneas, las cuales no necesitan de agitación, ya que al ponerse en contacto con la otra fase se dispersan instantáneamente por tener viscosidades similares, y además la cantidad de tensoactivo adecuada. Actualmente en la industria se busca tener este tipo de emulsiones.

Para lograr una emulsión estable, es necesario que se agregue el tensoactivo adecuado, el cual actuará en la interfase de los glóbulos con el fluido dando estabilidad. La elección adecuada del tensoactivo nos proporcionará resultados en cuanto a el enriquecimiento de un líquido en el otro y además el tamaño de los glóbulos.

Para la formación de una emulsión estable de dos líquidos inmiscibles no existe un método que prediga la técnica de como se puede seleccionar un emulsificante (tensoactivo) para obtener resultados óptimos. Podemos hacer uso del concepto conocido como balance hidrofílico-lipofílico (HLB) que para la mayoría de las emulsiones se está perfeccionando por aproximaciones de prueba y error.

3.4.1 CONCEPTO DE HLB.

El número de HLB es un valor empírico asignado a la molécula de tensoactivo el cual actuará como emulsificante. El HLB de un tensoactivo es una expresión de su balance hidrófilo-lipófilo, es decir, el balance entre tamaño y fuerza de los grupos con afinidad hacia moléculas polares (agua) y las que presentan afinidad con moléculas no polares (aceites), ya que todos los tensoactivos combinan ambos grupos en su estructura.

El HLB es un número asignado a cada tensoactivo y está relacionado con una escala para su adecuada aplicación. De acuerdo con este criterio, si un emulsificante presenta carácter lipofílico se le asigna un valor de HLB bajo, mientras que si presenta un carácter hidrofílico se le asigna un número alto, como se muestra en la tabla 3.1

INTERVALO DE (HLB). (según Griffin.)⁽⁹⁾	INTERVALO DE (HLB). (según Moore y Bell.)⁽⁹⁾	APLICACIÓN.
3-6	7.7	emulsificante. (w/o)
7-9	13.4	agente humectante.
9-18	11.1-15.9	emulsificante. (o/w)
13-15		detergente.
15-18	16.2	solubilizante.

Tabla 3.1 Categorías en las que se clasifican los tensoactivos de acuerdo a su número de HLB y su función

La tabla 3.1, muestra el intervalo del número de HLB requerido para varios sistemas. Los materiales con un número de HLB entre 3 y 6 son emulsificantes útiles en la formación de emulsiones del tipo agua/aceite, de igual forma los que tienen un HLB entre 8 y 18 son los adecuados para la preparación de emulsiones aceite/agua. Los tensoactivos que se encuentran en otros intervalos, tienen propiedades que modifican la superficie activa, pero no pueden ser empleados como agentes emulsificantes.

3.4.2 DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE HLB.

El método original para determinar el número HLB involucra un largo y laborioso procedimiento experimental. Griffin⁽¹¹⁾ desarrolló ecuaciones que permiten el cálculo del número de HLB para algunos de tensoactivos no iónicos, en particular, las moléculas de polioxietileno derivado de alcoholes grasos y ésteres grasos de alcoholes polihídricos.⁽⁶⁾

La fórmula para determinar el número de HLB esta basada en datos analíticos o en datos de composición para la mayoría de las moléculas de esteres de ácidos grasos. Los valores aproximados pueden ser calculados con la ayuda de la relación:

$$\text{HLB} = 20 \left(1 - \frac{S}{A} \right) = \left(\frac{\text{PM}(\text{Porción hidrofílica.})}{\text{PM Total}} \right) 20 \quad (3.2)$$

donde:

S= número de saponificación.

A= número de ácido original.

PM= peso molecular.

3.4.3. CLASIFICACIÓN DE EMULSIONES.

Podemos hacer una primera clasificación de las emulsiones de acuerdo al tamaño de glóbulo formado, esto es, se puede hablar de emulsiones y microemulsiones. Las emulsiones son aquellas cuyo tamaño de partícula se encuentra entre 0.1 μm y mayores a 100 Å , tienen aspecto lechoso y no son estables

termodinámicamente, sin embargo, las microemulsiones si se consideran estables, el tamaño de glóbulo se encuentra entre 100-1000 Å y generalmente son transparentes.⁽⁵⁾

Por otro lado, podemos subdividir éstas de acuerdo al número de fases presentes en el sistema como emulsiones simples y emulsiones dobles o múltiples. Las emulsiones simples están formadas por dos fases inmiscibles (en general las más comunes) separadas por una película de tensoactivo. La adición de un tensoactivo es necesaria para estabilizar los glóbulos en la fase continua.

Las emulsiones dobles o múltiples son emulsiones que se forman con dos o más fases inmiscibles, las cuales son separadas por al menos dos películas de emulsificante. Las emulsiones múltiples⁽⁵⁾ también pueden dividirse en dos categorías, las (o/w/o) y las (w/o/w). Para el sistema (o/w/o) la fase inmiscible de agua separa las dos fases de aceite y de igual forma en el sistema (w/o/w) la capa inmiscible de aceite separa las dos de agua.

La fase contenida en el interior de los glóbulos se llama también la fase encapsulada. Estos sistemas son relevantes en fenómenos de transporte y en procesos de separación.

El conocimiento de la estructura y uso de los tensoactivos así como las características y formación de emulsiones, sirven como base para definir un procedimiento apropiado para la limpieza de las partículas de cobre. El empleo adecuado de los términos estudiados en este capítulo propone la alternativa que se expondrá en el capítulo 4 donde se emplean tanto una emulsión como tensoactivos para dicho tratamiento.

CAPITULO 4

ANÁLISIS DE LAS PRINCIPALES ALTERNATIVAS PARA LA RECUPERACIÓN DE FINOS DE COBRE.

4.1 PROCEDIMIENTOS DE EXTRACCIÓN.

Entre los procedimientos empleados para la extracción de aceite de las partículas de cobre, se recurrió a la extracción líquido-líquido vía disolventes, que si bien no fue útil para la recuperación de cobre debido a su costo y riesgo, funcionó como indicador confiable del contenido de aceite en los lodos. Una vez descartada esta alternativa, se procedió al empleo de algunos tensoactivos, que deberían cumplir con requisitos tanto de biodegradabilidad como de disponibilidad en el mercado nacional, presentando los mejores resultados los pertenecientes a la familia de los no-iónicos, sin embargo, mostraron algunos inconvenientes durante su manejo como: bajo volumen de lodos tratados por etapa, pérdidas en tiempo por el número de etapas de cada tratamiento y gasto desmedido de agua de buena calidad utilizada en la disolución de los tensoactivos, lo que dio origen a un incremento de efluentes contaminantes. Posteriormente se empleó la emulsión de desecho, con el fin, de diluir los lodos y reemulsificar el aceite tanto como fuera posible, de este tratamiento se obtuvieron resultados de extracción aproximadamente en un 18 % con lo que se propuso finalmente un tratamiento donde se empleó una combinación emulsión-tensoactivo que resultó ser la apropiada para la recuperación de finos de cobre.

4.1.1 Extracción con tensoactivos.

Los tensoactivos utilizados en la extracción de grasa poseen características como: escasa o nula reacción con el cobre, capacidad detergiva y fácil manejo lo que permiten su adecuado uso a lo largo del procedimiento experimental.

La capacidad detergiva de los tensoactivos en relación a la extracción de grasa presente en los finos de cobre, contribuyó al desarrollo de la técnica experimental. En este proceso se emplearon soluciones de tensoactivos al 1 % en peso en solución acuosa, de las que se tomaron 95 ml y se pusieron en contacto con 5 gr de lodos sin tratar. Posteriormente la mezcla solución-lodo se sometió a una agitación de 800 R.P.M. a temperatura ambiente por un periodo de 20 min, donde la agitación garantizó la dispersión de partículas de cobre en la disolución durante el procedimiento. Después de este tratamiento, se procedió a cuantificar la cantidad de grasa extraída tomando lecturas de % en peso vía índice de refracción (I.R.) de las soluciones de tensoactivos preparadas originalmente (con el fin de obtener un dato de referencia) y de la mezcla solución-lodo ya tratada. La diferencia entre estos dos valores determinó la cantidad de grasa que se puede extraer con cada uno de los tensoactivos utilizados, permitiendo así la elección del mejor candidato.

El % en peso de las disoluciones, se determinó vía refractometría con un instrumento tipo Abbé. El principio del refractómetro se basa en la dispersión de un haz de luz que incide sobre la disolución colocada en el prisma del equipo que genera un campo de luz con un horizonte que funciona como referencia para hacer la determinación. En el caso de las disoluciones empleadas, la relación resultó ser proporcional ya que al probar con diferentes concentraciones se observó un comportamiento lineal (relación 1:1).

Sin embargo para cuantificar el contenido de grasa extraída en este proceso, se manejó un volumen pequeño de lodos, del orden del 5 %, lo que propició una baja eficiencia en la etapa de lavado, ya que considerando el alto porcentaje de aceite presente en los lodos, la recuperación de cobre se reduce, generando pérdidas de agua de buena calidad y de tiempo por el número de etapas realizadas para obtener una cantidad considerable de cobre limpio.

La tabla 4.1 muestra el resultado del % de aceite en la operación de extracción así como la recuperación de cada etapas de lavado de pruebas con 12 tensoactivos en la extracción de grasa.

MUESTRA No.	% peso retirado al L.R. del 1° LAVADO	% peso retirado al L.R. del 2° LAVADO	% peso retirado al L.R. del 3° LAVADO	% DE GRASA EXTRAÍDA
1	2.0	1.4	1.4	50.24
2	2.0	1.5	1.4	53.66
3	1.5	1.0	1.0	59.4
4	1.1	1.0	0.8	51.37
5	1.2	0.6	0.5	45.16
6	2.0	1.8	1.2	42.29
7	0.4	0.0	0.0	42.88
8	1.0	1.0	1.1	48.42
9	1.4	1.1	1.0	43.11
10	1.2	1.0	1.0	43.25
11	1.1	1.0	1.0	43.95
12	1.0	0.8	0.8	43.97

Tabla 4.1 Análisis de los lavados con tensoactivos y el porcentaje de grasa retirada

4.1.2 La emulsión residual como alternativa de limpieza.

Debido a que la técnica de lavado con tensoactivos proporcionó resultados poco funcionales en cuanto a la cantidad de lodos a tratar, se realizó un estudio sobre la emulsión utilizada en el proceso de estirado de alambre de cobre, del cual se observaron propiedades que podían ser explotadas para su uso en el lavado tales como: bajo contenido de aceite (aproximadamente. 10 %), y presencia de tensoactivos susceptibles de producir reemulsificación.

El lavado con emulsión, se efectuó mediante soluciones con un 20 % en volumen de lodos, las cuales fueron sometidas a agitación regulada, tomando muestras cada cinco minutos y determinando su por ciento en peso de aceite via refractometría con el fin de determinar el tiempo en que los lodos no pueden segregar más aceite hacia la emulsión Tabla 4.2

PRUEBA N ^o . (con emulsión.)	% EN PESO DE GRASA POR REFRACTOMETRÍA	TIEMPO DE AGITACIÓN.(min)
1	9.5	5
2	9.9	10
3	10.3	15
4	10.4	20

Tabla 4.2 Incremento del I.R. con el tiempo de agitación.

Nota: la emulsión residual tiene un I.R. de 9.1

De la primera etapa de extracción con emulsión, se pudo remover un 17.4 % de aceite, por lo que se pensó en realizar varias etapas hasta eliminar la mayor cantidad de aceite que fuera posible.

La emulsión puede remover grasa de los finos con buenos resultados de extracción hasta concentraciones entre un 20 y 30 % en volumen.

Una vez removido el aceite por la acción de los tensoactivos de la emulsión, se retiró el líquido sobrenadante saturado de aceite y se realizó una segunda etapa de lavado con emulsión, con el fin de eliminar al máximo la grasa que fuera posible. Al igual que en el primer lavado se hicieron mediciones de tiempo y por ciento de grasa presente en la emulsión y por medio de un balance de materia en ambos casos se determinó la cantidad de grasa removida.

Del segundo lavado se obtuvo un resultado de extracción de grasa de 5.8% lo que indicó que no era factible una tercera etapa de lavado. El balance de materia realizado se puede expresar mediante la siguiente ecuación:

$$L(X_1) + \xi(X_2) = L(X_{1f}) + \xi(X_{2f}) \quad 4.1$$

L= Lodos (gramos)

ξ = Emulsión (mL)

X_1 = Fracción de aceite de los lodos al inicio.

X_2 = Fracción de aceite en la emulsión al inicio.

X_{1f} = Fracción de aceite después del lavado en los lodos.

X_{2f} = Fracción de aceite después del lavado en la emulsión.

Al hacer el lavado con emulsión se observó una gran cantidad de grasa removida. Lo que dislumbró la posibilidad de manejar esta técnica y posteriormente retomar el uso de tensoactivos durante el tratamiento. De esta forma podemos contar con lodos prelavados con mejores características para su limpieza y con tiempo de sedimentación satisfactorio.

4.1.3 Tratamiento de reemulsificación y reducción de la tensión interfacial.

Posterior al tratamiento con emulsión, se utilizaron 12 tensoactivos y algunas combinaciones de los mismos para pruebas de extracción. Dos tensoactivos resultaron ser favorables, uno de la familia del alcohol laurico y una combinación de tensoactivos aniónicos; el primero capaz de remover la grasa de la superficie del cobre y emulsificarla en la solución y el segundo realiza una limpieza clásicamente detergiva.

Una prueba de que los tensoactivos eliminan grasa, se observa al comparar las lecturas de % en peso vía I.R. de la solución original con las del segundo lavado (Tabla 4.3), observando que a medida que se acercan estos valores incrementa el grado de extracción de grasa por el tensoactivo.

MUESTRA No.	% peso vía I.R. del tensoactivo	% peso vía I.R. del 1 ^{er} lavado	% peso vía I.R. del 2 ^{do} lavado
13	0.4	1.0	0.6
14	1.0	1.25	1.0
16	0.0	1.0	0.2
17	0.5	1.8	1.0
18	1.0	1.75	1.5
19	0.5	0.95	0.55
20	1.0	1.25	1.0
21	1.0	1.45	1.10
22	0.0	0.65	0.20
23	1.0	1.8	1.0
24	0.5	1.1	0.6
25	0.5	1.0	0.6
26	0.75	2.0	1.5
27	0.7	2.5	1.5
28	0.7	2.5	1.2
29	0.5	2.1	1.4

Tabla 4.3 Resultados de % en peso vía I.R. después del lavado con emulsión.

4.2 PROCEDIMIENTO FINAL DE RECUPERACIÓN DE COBRE.

Nuestra propuesta final esta compuesta por tres etapas de extracción: la primera, consiste en un lavado con emulsión residual del proceso de estirado, la segunda, es un tratamiento con un tensoactivo que tiene la capacidad de reemulsificar el aceite de los lodos y la tercera etapa, utiliza otro tensoactivo que genera un proceso clásico de detergencia vía micelización y abatimiento de la tensión superficial con el fin de extraer completamente el aceite.

La emulsión utilizada en el primera etapa de lavado debe tener un contenido en aceite inferior al 10 %, para facilitar la segregación de grasa contenida en los lodos.

El volumen de lodos que se puede manejar con la emulsión es del 20 %, con un tiempo de agitación de 15 min y una velocidad de 800 R.P.M. En estas condiciones se garantiza la transferencia de aceite así como la dispersión de partículas en el seno de la emulsión. Al término de la agitación a consecuencia de la diferencia de densidad en las partículas de cobre, el sistema sedimentará (en un tiempo aprox. 25 min) lo que permite drenar la emulsión enriquecida en aceite y continuar en la siguiente etapa de lavado.

La segunda etapa, utiliza un tensoactivo al 1 % en solución acuosa. Su función es realizar una emulsificación de los aceites adheridos en la superficie de las partículas de cobre. Esta etapa se realiza con las mismas características que el primer lavado con excepción del tiempo de agitación el cual será de 20 min.

La tercera etapa, se realiza con un tensoactivo que tiene propiedades altamente deterativas, disminuye la tensión superficial y forma micelas que envuelven el aceite y evitan su redepositación en la superficie, la cual se cubre con una monocapa de tensoactivo dando como resultado una superficie libre de suciedad.

En el desarrollo de la técnica de lavado, los drenados realizan con el agitador apagado, de lo contrario se introduce aire al sistema, el cual genera flotación de las partículas y por este motivo una sedimentación excesivamente lenta.

Finalmente se ejecuta un último drenado, el cual se realiza con el agitador encendido y por medio de una bomba se pasa la corriente del último lavado con el cobre ya limpio para eliminar agua, pero con una alimentación constante de agua para evitar la formación del vórtice y la entrada de aire; de esta forma se trasladan las partículas de cobre por una serie de mallas donde se separan del líquido para su posterior secado. El esquema del equipo se puede apreciar en el diagrama 4.1

Para eliminar la humedad de los finos de cobre, se pueden tomar dos alternativas: 1) Secar el cobre limpio en una estufa a 40° C con vacío durante un par de horas, controlar la temperatura adecuadamente de lo contrario las partículas de cobre se pueden oxidar; y 2) Se pueden dejar secar a temperatura ambiente con el inconveniente de tener un tiempo de secado de 2 a 3 días.

El manejo de los lodos ya limpios es difícil ya que algunas partículas son sumamente pequeñas (inferiores a 3000 μ) esto significa que es un polvo que puede suspenderse fácilmente en el aire, por tal motivo es recomendable su manejo con un contenido de humedad considerable hasta que se le de la utilidad deseada.

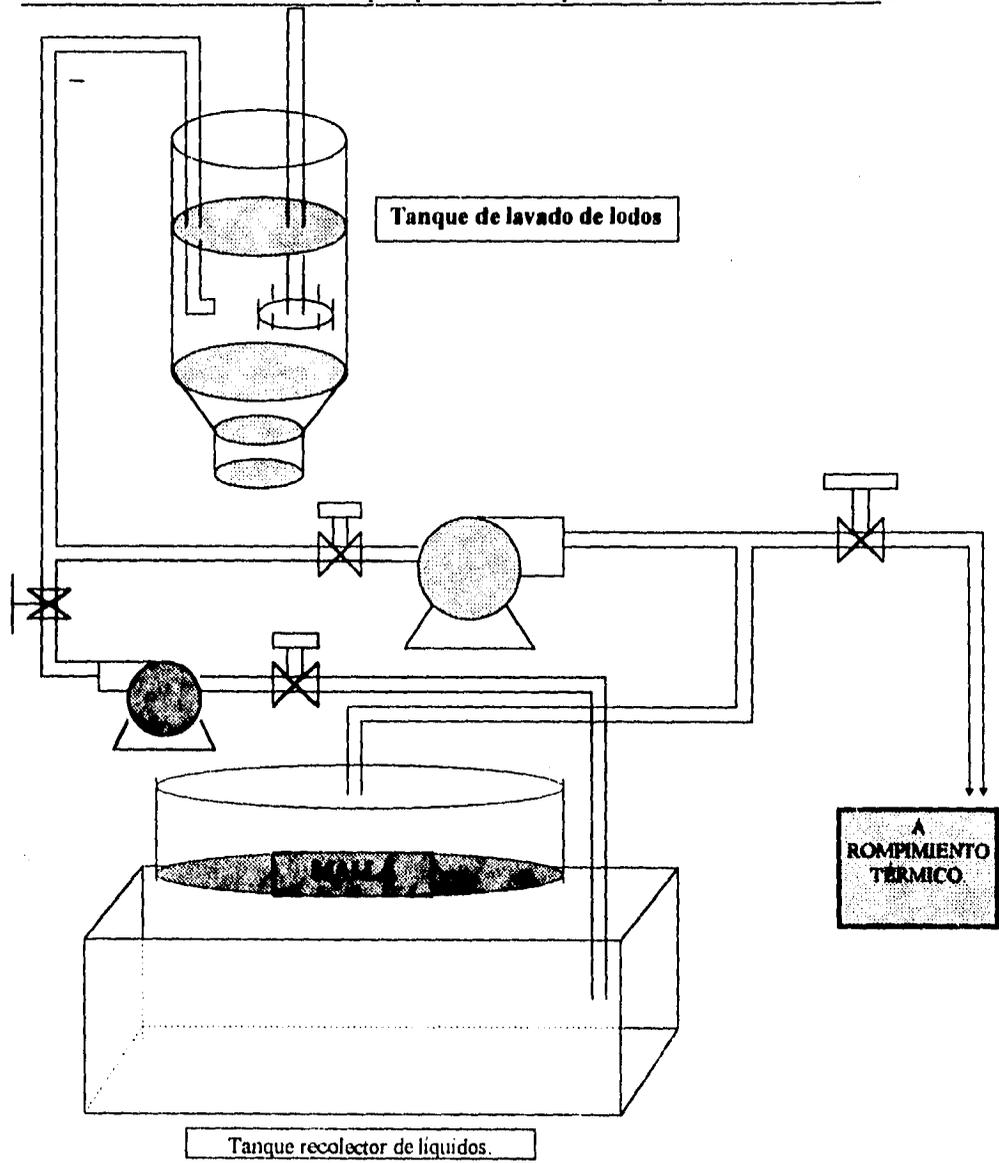


Fig. 4.1 Diagrama general del proceso de lavado de finos de cobre.

4.3 EL TANQUE DE LAVADO.

Una vez definida la metodología a seguir en el proceso de recuperación de finos de cobre, se observó que el manejo de los lodos requería un equipo cuyo diseño permitiera el fácil desalajo de los líquidos y la formación de un patrón de flujo adecuado en el sistema. Por tal motivo se desarrolló un tanque en cuyo diseño se tomaron una serie de parámetros para mejorar la técnica de limpieza. Las características a consideración fueron las siguientes:

- Velocidad de agitación:** Las partículas tienden a sedimentar fácilmente debido a su densidad la cual esta relacionada directamente al grado de limpieza.
- Tamaño de partícula:** Este parámetro se tomo en cuenta para evitar que las tuberías se llegaran a tapar, si son de diámetros muy pequeños.
- Tiempo de residencia:** Tiempo necesario para eliminar la mayor cantidad de grasa en los finos.
- Volumen a manejar:** Este parámetro determina la cantidad de lodos que se deben lavar.
- Forma de drenado:** Se realiza por medio de un tubo conectado a la pared del tanque, colocado a cierta altura del fondo donde sólo permite la salida de líquidos y no de lodos.

-Elección de la propela o agitador: De este parámetro depende que los finos se suspendan uniformemente y que se tenga un patrón de flujo adecuado.

La velocidad de agitación se determinó al elaborar una serie de pruebas en un vaso de precipitado de 1000 mL en donde se cuidó que no sobrepasara la altura máxima de vórtice y por otro lado que no se introdujera aire al seno del fluido. Una vez determinados estos factores se observó que las partículas se mantuvieran perfectamente distribuidas en el fluido sin presentar sedimentación alguna. En este caso se tomaron diferentes concentraciones y se manejaron velocidades de agitación suficientemente altas para tener un régimen turbulento en el seno del fluido, con el fin, de que las partículas contenidas en la mezcla se separaran totalmente y que tanto la emulsión como los tensoactivos realizaran con mayor eficiencia su función.

Para definir el volumen de carga de lavado de los lodos, se deben analizar las siguientes características: evitar que el líquido se derrame al agitarlo, que el volumen manejado permita lavar la mayor cantidad de lodos en una etapa y que el volumen mínimo de operación sea superior al 50% del volumen total del tanque, para no tener problemas con la altura a la que se debe colocar la propela, que es aproximadamente 0.5 veces su diámetro medido desde el fondo del tanque.

Otra recomendación es el tener desfasada la flecha lo más pegada a la pared del tanque (como se muestra en la figura 4.2) para mejorar tanto la suspensión de las partículas en el seno del fluido como la velocidad de agitación logrando con esto, aumentar la velocidad en un 25% y reducir el vórtice.



Figura 4.2

La elección del impulsor o propela se llevó a cabo comparando las características de algunos diseños, escogiendo el que proporcionara mejores resultados basados en parámetros de movimiento de fluidos dentro del tanque y la capacidad de lograr suspender finos de cobre en la emulsión, evitando así la sedimentación. Esto se logró al hacer la siguiente clasificación:

Las hélices o impulsores se pueden dividir en dos clases, de flujo axial y de flujo radial. La clasificación depende del ángulo que forman las aspas con el plano de rotación de la hélice.

Las hélices de flujo axial⁽¹⁸⁾ incluyen todas las que tienen aspas que forman ángulo de menos de 90° con el plano de rotación figura 4.3. Las hélices y las ruedas de paletas o turbinas de aspas inclinadas son representativas de las hélices de flujo axial.

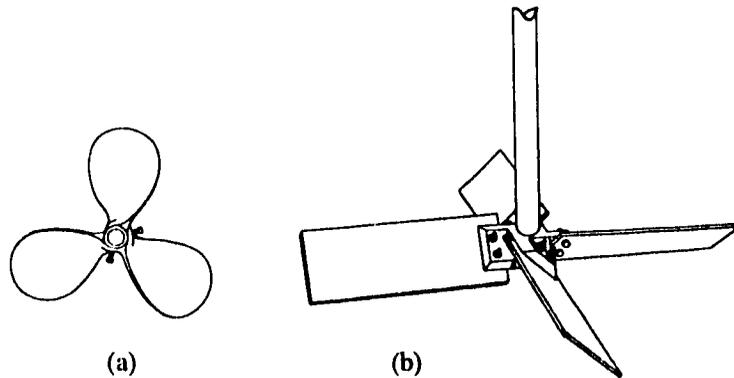


Figura 4.3 a) Hélice tipo marino b) Turbina de aspa inclinada.

Las unidades de alta velocidad producen rapideces de corte en la corriente de descarga de la hélice, además de una rapidez más baja de circulación en todo el recipiente.

Las hélices de flujo radial tienen aspas paralelas al eje del husillo impulsor. Las más pequeñas, de aspas múltiples, se conocen como turbinas, las mayores, de velocidades más bajas, con dos o cuatro aspas, se denominan ruedas de paleta figura 4.4.

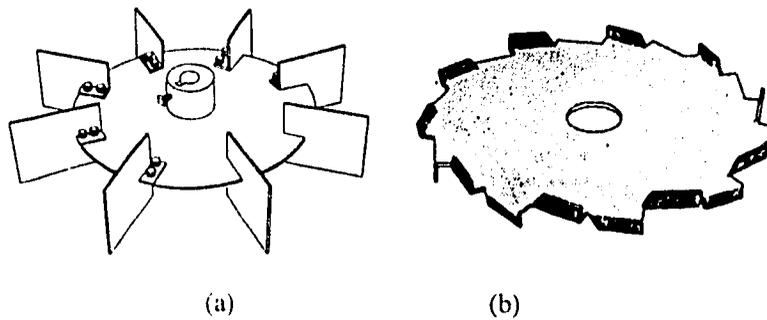


Figura 4.4 a) Turbina de aspas planas. b) Disco dispersor de alta velocidad.

No existen guías específicas para la selección de equipos de mezclado, puesto que la gama de aplicaciones de los diversos tipos de equipos se yuxtaponen a los efectos de las propiedades de flujo sobre el rendimiento del proceso.

Para el diseño del tanque de lavado, uno de los factores que se manejaron fue el patrón del flujo dentro de éste (figura 4.5), para lo cual se hizo una elección cuidadosa de la hélice o propela que se debía utilizar, esta elección se realizó observando el movimiento de fluido dentro del tanque con diferentes propelas de las cuales se determinó que la más adecuada es la que se conoce como: disco dispersor de alta velocidad (High-speed disk disperser⁽²³⁾).

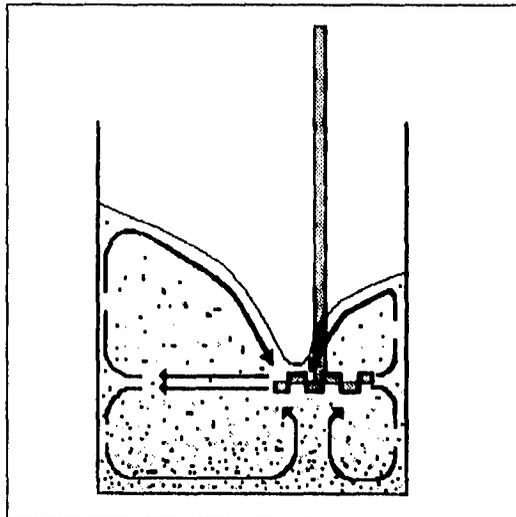


Figura 4.5 Patrón de flujo de los lodos en el tanque.

Este disco consiste esencialmente de una hoja circular con cierra tipo impulsor montado en un eje rotatorio de alta velocidad que puede estar colocado verticalmente en el centro del tanque. Tiene forma de disco tipo plato, ranuración a lo largo de la orilla del impulsor la cual puede ser cortada de acuerdo a diferentes diseños variando el ángulo de las hojas para evitar la entrada de aire a la carga del tanque.

El equipo está diseñado pensando en promover el corte y la dispersión del fluido dentro del tanque, además, la aspa de tipo circular es útil para promover turbulencia a costa del flujo laminar. Cuando la propela es operada adecuadamente, se genera un flujo tipo "dona" donde la circulación es inducida por la rotación de la hoja del impulsor.

La velocidad periférica de la hoja del impulsor se acerca a 4000 ft/min o más para una dispersión adecuada. Esto depende de el tipo de flujo que se desea manejar en concordancia a su número de Reynolds, es decir: $Re > 10,000$ para flujo turbulento y $Re < 10$ para flujo laminar estos valores se pueden obtener con ayuda de la ecuación 4.2

$$Re = \frac{\rho v X}{\eta} \quad 4.2$$

donde:

ρ = densidad (g/cm^3)

v = velocidad (cm/seg)

X = distancia entre la propela y el fondo del tanque.

η = viscosidad (poise).

Posterior a la elección de la propela y tomando en consideración los parámetros antes mencionados, se procedió a definir las dimensiones del tanque de lavado, apoyándonos tanto en los antecedentes bibliográficos de diseño de tanques (Perry⁽¹⁸⁾, Hollan⁽¹⁶⁾, Patton⁽²³⁾, etc.) como en los resultados recabados durante el procedimiento experimental en el laboratorio y en planta piloto.

En la figura 4.6 se observan los intervalos con los que se deben cumplir para el dimensionamiento del tanque de lavado de acuerdo con el diámetro de la propela.

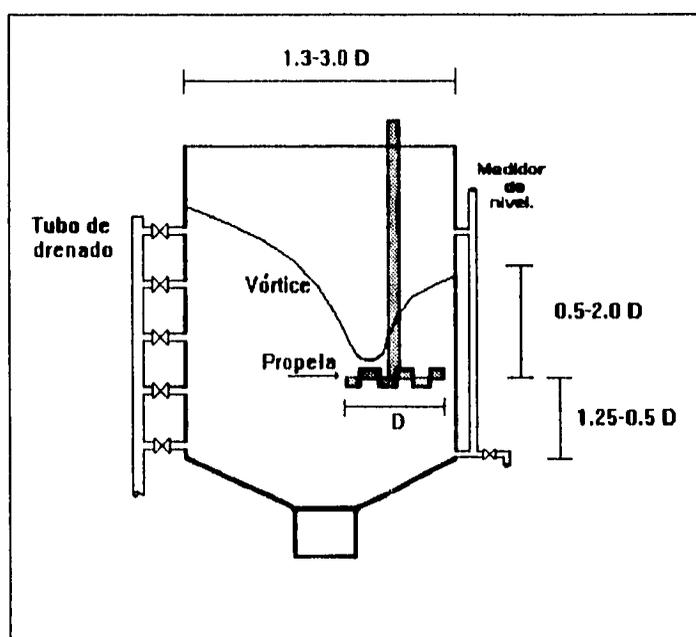


FIG.4.6 INTERVALO DE DIMENSIONES PARA EL DISEÑO DEL TANQUE DE LAVADO.

Finalmente el diámetro de la propela quedó definido como la unidad básica y las dimensiones del tanque quedaron fijas con los mejores resultados en el procedimiento como se muestra en la fig. 4.7.

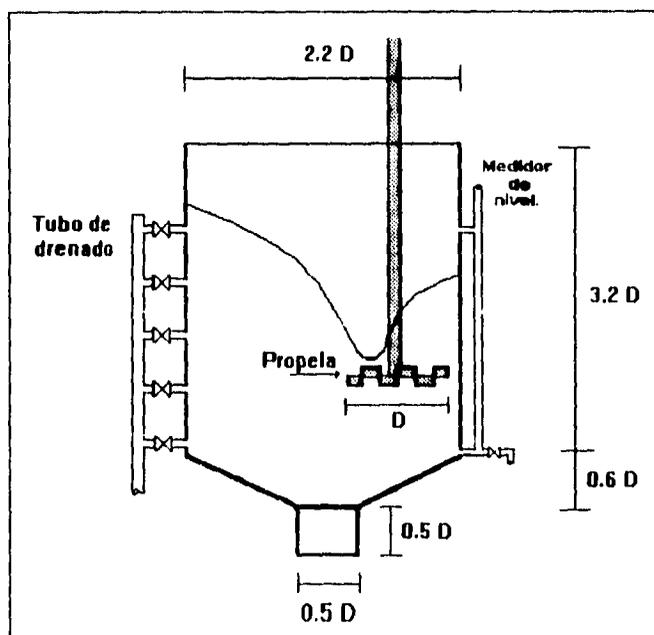


Fig.4.7 Dimensionamiento del tanque en función del diámetro de la propela.

Una vez definido tanto el procedimiento como el equipo donde se realiza la recuperación de las partículas de cobre, se hace un análisis de los resultados, con el fin de afirmar los conocimientos adquiridos en el desarrollo de esta experiencia, así como los posibles cambios para el mejoramiento del proceso dentro de los márgenes establecidos por este trabajo.

CAPITULO 5

ANÁLISIS DE RESULTADOS.

En este capítulo se analizan los resultados obtenidos de acuerdo al siguiente orden de prioridad:

La elección de un disolvente para la determinación de la grasa contenida en los lodos de cobre, donde también se analizan las características para su manejo.

Los resultados de la caracterización de las muestras proporcionadas por CONDUMEX, de las que se consideran los siguientes parámetros a discutir: densidad, viscosidad y tamaño de partícula.

Se realiza un análisis de los tensoactivos utilizados en el lavado y sus porcentajes de extracción de grasa.

Observaremos el resultado de utilizar la emulsión residual como alternativa de limpieza en las partículas de cobre.

Se examina brevemente el procedimiento definitivo de limpieza de los finos de cobre (emulsión residual/tensoactivo emulsificante/tensoactivo detergente).

Finalmente, se analiza el diseño y las proporciones del tanque utilizado para el desarrollo experimental durante el lavado de los lodos.

5.1 SELECCIÓN DEL DISOLVENTE PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE ACEITE EN LOS LODOS.

Para determinar la cantidad de aceite contenido en los lodos, recurrimos al uso de un disolvente de una gama de disolventes comerciales, de donde su selección fue formulada a partir de los siguientes factores: nula reacción con las partículas de cobre y con el aceite de los lodos, que no se formara precipitado (lo que sería una indicación de mala solubilidad) y que disolviera rápidamente los aceites de los lodos.

Para encontrar el candidato adecuado, se realizó el análisis de 14 disolventes de los cuales 5 cumplieron, proporcionando los mejores resultados el benceno, sin embargo, este disolvente a pesar de proporcionar una respuesta satisfactoria no es recomendable para su uso industrial ya que es tóxico, provoca daños irreversibles y cuenta con alto grado de inflamabilidad. Por tal motivo se realizó un estudio a los disolventes restantes, resultando el alcohol isopropílico el de menor riesgo. Tabla 5.1

DISOLVENTE.	TEMPERATURA DE EBULLICIÓN. (°C)	FLASH POINT (°C)	$\Delta H_{VAP} = \left(\frac{cal}{g} \right)$	PRESIÓN DE VAPOR hPa	INFLAMABILIDAD Y TOXICIDAD.
Tolueno.	110.6	4	86.0	3.80	Tóxico por ingestión Límite 100 ppm
Benceno.	80.1	-11	94.3	12.7	Muy tóxico daños irreversibles
Isopropanol.	82.4	13	159.4	5.77	Baja inflamabilidad.
Ciclohexano.	80.16	-17	86.0	13.04	Inflamabilidad moderada
Hexano.	68.7	-26	82.0	20.17	Noxivo por absorción

Tabla 5.1 Datos de utilidad para la recuperación de disolventes.

Como se aprecia en la tabla 5.1 el alcohol isopropílico cuenta con un ΔH , elevado lo que implica su preferencia en el estado líquido, está formado por una molécula pequeña, posee alta capacidad para formar puentes de hidrógeno y tiene un valor de parámetro de solubilidad muy cercano al del benceno. Debido a estas características se utilizó como la mejor alternativa para la determinación de aceite de los lodos después del benceno.

DISOLVENTE	δ_d	δ_p	δ_h	PARÁMETRO DE SOLUBILIDAD TOTAL δ_t
Tolueno.	16.4	8.0	1.6	18.2
Benceno.	16.1	8.6	4.1	18.9
Isopropanol.	14.0	9.8	16.0	19.1
Ciclohexano.	16.5	3.1	0.0	16.8
Hexano	14.9	0.0	0.0	14.9

Tabla 5.2 Datos de parámetro de solubilidad.⁽¹⁷⁾

En la tabla 5.2 se observa el parámetro de solubilidad desglosado de acuerdo a sus contribuciones más importantes (dispersión, momento dipolar y puentes de hidrógeno). La diferencia en la contribución debida a puentes de hidrógeno mostrada por los dos candidatos difiere considerablemente, sin embargo, tanto el benceno como el alcohol isopropílico tienen los valores más elevados en este aspecto, el comportamiento en la contribución por momento dipolar observa una variación de 1.2, sin embargo, estos disolventes al igual que en la contribución por puentes de hidrógeno comparten los primeros lugares indicando así, que las contribuciones que ayudan a una extracción de aceite similar sean dichos parámetros.

5.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS LODOS.

Se efectuó el análisis de los lodos para conocer algunos parámetros que en el desarrollo experimental pueden provocar alteraciones en el proceso, estos parámetros nos informan sobre la mejor opción para el manejo de los lodos a lo largo de la técnica de limpieza. Las variables que se tomaron a consideración fueron: densidad, viscosidad y tamaño de partícula.

DENSIDAD.

La densidad es un parámetro indicativo de la cantidad de finos en peso que tiene un determinado volumen de lodos, esto considerando que los lodos en su mayoría son partículas de cobre revestidas por emulsión constituida esencialmente por una gran cantidad de aceite y un pequeño porcentaje de agua.

Al realizar la determinación de la densidad se observa que los valores difieren en cada muestra, por ejemplo, en la muestra 3 de la tabla 5.3 se tiene un porcentaje considerable de partículas de gran tamaño y alto contenido de agua por lo que la densidad se ve disminuida, sin embargo la muestra 1 esta constituida de partículas finas y bajo contenido de agua lo que forma una mezcla compacta y con alta densidad.

MUESTRA No.	DENSIDAD (g/cm ³)
1	2.218
2	2.103
3	2.056
4	2.113
5	2.207
PROMEDIO	2.139

Tabla 5.3 Resultados de densidad de los lodos.

VISCOSIDAD.

Es una variable de consideración, ya que de ella depende la resistencia del fluido al movimiento y nos proporciona información que se utiliza tanto para su manejo en el traslado por tuberías como para su mezclado con sustancias para la limpieza de las partículas en el seno del fluido.

Como podemos observar en la tabla 5.4, los valores de viscosidad indican que los lodos son un fluido que opone resistencia al desplazamiento y que su manejo dentro del proceso es un factor al que se debe dar un tratamiento especial, ya que provoca un esfuerzo considerable que se refleja en el torque del agitador cuando se desea realizar el primer tratamiento, por lo tanto se les debe diluir para disminuir su viscosidad; afortunadamente esto se logra dentro del ciclo de lavado ya que se le adicionan fluidos de baja viscosidad lo que ayuda a disminuir dicho parámetro y con ello se obtiene un mejor desplazamiento del fluido. La viscosidad presentada por los lodos es causa de su rápida sedimentación y su varianza en el tamaño de partícula.

NÚMERO DE MUESTRA.	VISCOSIDAD (cp) $\cdot 10^3$
1	212.0
2	218.0
3	192.0
4	204.0
5	208.0
PROMEDIO	206.8

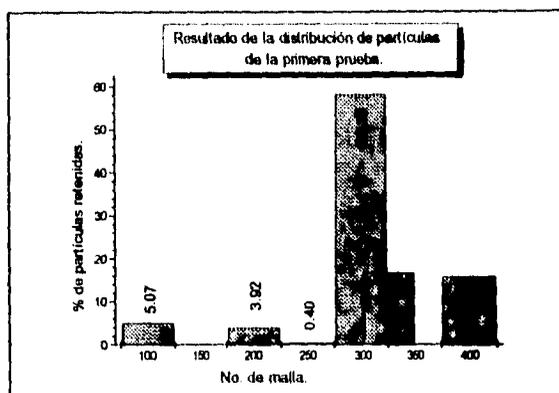
Tabla 5.4 Resultados de viscosidad de los lodos.

TAMAÑO DE PARTÍCULA.

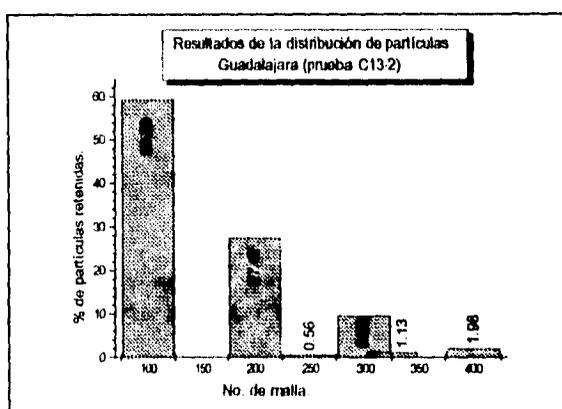
Cuando se realizó el estudio de tamaño de partícula, se observaron diversos cambios en el análisis de cada muestra, estas variaciones se pueden atribuir a una serie de parámetros que afectan directamente el proceso de estirado lo que genera alteraciones en el tamaño y forma de las partículas. Estas alteraciones son causadas por las deficiencias en lubricidad, calidad superficial del cobre, calibre al que se redujo el alambre, fuerza aplicada en el punto de impacto (generadora de alta fricción) entre otras, dando como resultado fructuaciones en la distribución de tamaño de partícula.

Al determinar el tamaño de partícula podemos tener idea del área superficial a la que se le dará tratamiento y a su vez proporciona información para determinar la forma de separación de las partículas de cobre.

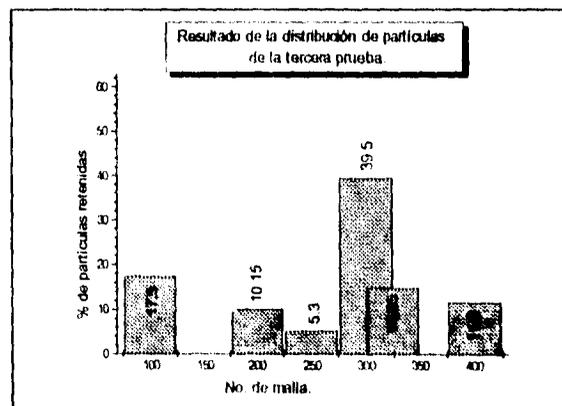
Las gráficas 5.1, 5.2 y 5.3 muestran la distribución de tamaño de partícula de procesos de lavado normal. En la gráfica 5.1 se observa que aproximadamente el 90 % del total de las partículas cuentan con un tamaño inferior a la malla 250 (.0061 mm) lo que implica un tamaño de partícula en general pequeño. Sin embargo la gráfica 5.2 observa el comportamiento inverso, ya que las mallas 100 (.014 mm) y 200 (.0073 mm) retienen aproximadamente el 85 % del total de las partículas, lo que deja ver deficiencias en la emulsión durante el estirado. Finalmente la gráfica 5.3 denota un comportamiento similar a la gráfica 5.1 ya que el porcentaje más alto retenido lo realiza la malla 300 (.0052mm) y más del 65 % de las partículas son retenidas por malla inferiores a la 250.



Gráfica. 5.1



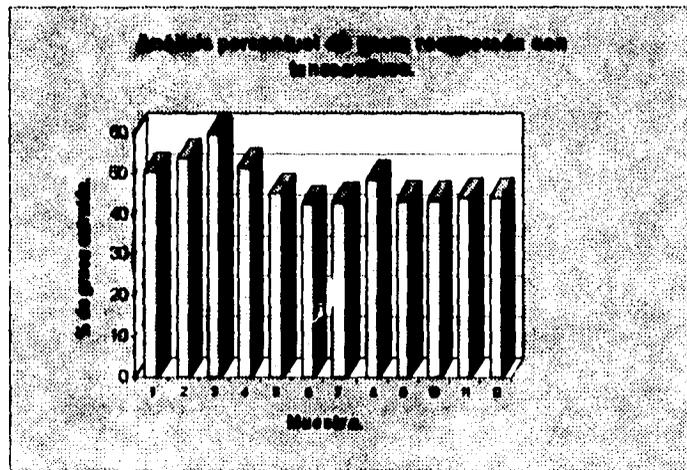
Gráfica. 5.2



Gráfica. 5.3

5.3 TENSOACTIVOS UTILIZADOS EN EL LAVADO.

Los resultados que se obtuvieron del lavado con tensoactivos, se observan en la gráfica 5.4 de la que se nota que los tensoactivos 2, 3 y 4 ofrecen los valores más altos de extracción de grasa, sin embargo son el resultado de pruebas con volumen bajo de lodo (1 %), lo que no satisface la necesidad de lavados a gran escala.



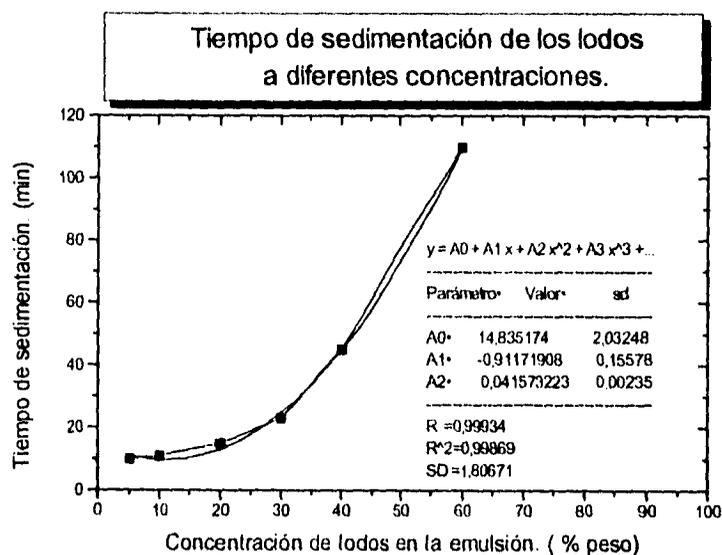
Gráfica 5.4 Análisis del % en peso vía I.R. de los lavados con tensoactivos y el porcentaje de grasa retirada

5.4 EMULSIÓN COMO ALTERNATIVA DE LIMPIEZA.

Al realizar el estudio de la emulsión para la limpieza de los lodos, se observa que el mejor mecanismo para la extracción de aceite es la emulsión de origen, ya que esta tiende a reemulsificarse hasta la saturación, siempre que la emulsión tenga un

contenido de aceite inferior al 10 %, observando un periodo de reemulsificación que hace factible que se tome como alternativa de lavado.

Otro parámetro que hace atractiva a la emulsión para su uso en la extracción, es la cantidad máxima de lodos que se puede lavar en una etapa, la cual se definió como 20 % en volumen de lodos en emulsión, este valor se determinó del análisis de la gráfica 5.5 en la que se observa que a medida que se excede este valor se presenta un comportamiento cuadrático que perjudica el tiempo de sedimentación de los lodos.



Gráfica. 5.5

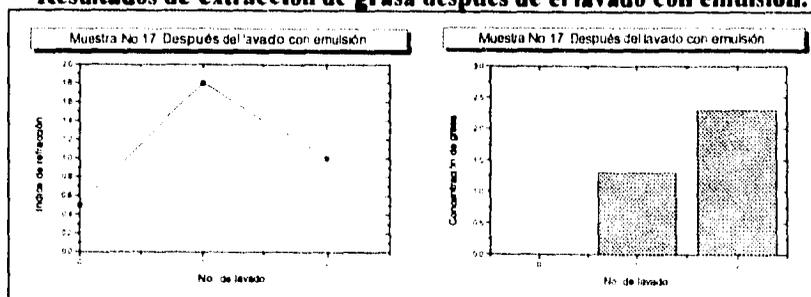
Posterior al uso de la emulsión, se continuó el tratamiento vía tensoactivos del que se observa un comportamiento con mejores resultados de extracción, tiempos de sedimentación cortos y con solo dos etapas de lavado después del tratamiento con emulsión. En la tabla 5.5 se tienen los datos de % en peso durante la extracción en

relación al I.R., observando que si comparamos los I.R. de los tensoactivos en disolución con los I.R. del segundo lavado, podemos notar que las pruebas 17 y 28 indican un alto porcentaje de extracción de aceite, las cuales se ven con mayor claridad en las gráficas correspondientes.

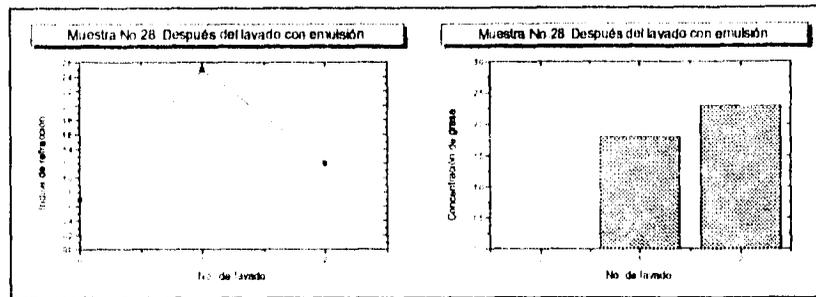
MUESTRA No.	% peso via I.R. del tensoactivo	% peso via I.R. del tensoactivo	% peso via I.R. del tensoactivo
13	0.4	1.0	0.6
14	1.0	1.25	1.0
16	0.0	1.0	0.2
17	0.5	1.8	1.0
18	1.0	1.75	1.5
19	0.5	0.95	0.55
20	1.0	1.25	1.0
21	1.0	1.45	1.10
22	0.0	0.65	0.20
23	1.0	1.8	1.0
24	0.5	1.1	0.6
25	0.5	1.0	0.6
26	0.75	2.0	1.5
27	0.7	2.5	1.5
28	0.7	2.5	1.2
29	0.5	2.1	1.4

Tabla 5.5 Resultados del % en peso via I.R. después del lavado con emulsión.

Resultados de extracción de grasa después de el lavado con emulsión.



Gráfica 5.6



Gráfica 5.7

5.5 RECUPERACIÓN DE COBRE. (PROPUESTA FINAL)

Los resultados de esta técnica se pueden dividir en tres etapas de lavado: la primera consiste en la reemulsificación de la emulsión residual por acción de los tensoactivos en contacto con los lodos, en seguida se utiliza un tensoactivo disuelto en agua (1 %) el cual tiene la capacidad de emulsificar los aceites adheridos en la superficie sólida de las partículas de cobre, y finalmente la adición de un segundo tensoactivo, el cual continúa la extracción de grasa mediante un proceso clásicamente detergente vía micelización y abatimiento de la tensión superficial.

La primera etapa tiene la función de eliminar grasa con el fin de reducir el número de lavados en el proceso, ayuda a que la carga de cobre en el lavado sea superior (aprox. 20 %) y además ahorra capital ya que la emulsión era originalmente un desecho.

La segunda etapa trabaja con un tensoactivo capaz de emulsificar los aceites adheridos a las partículas de cobre que la emulsión residual no fue capaz de retirar.

La tercera etapa se realizó por medio de un tensoactivo con propiedades básicamente detergentes, disminuye la tensión superficial y formando micelas, las

cuales envuelven el aceite desprendido por el efecto detergente que se encuentra disperso y no puede depositarse debido a una monocapa de tensoactivo que cubre las partículas de cobre.

Después la técnica empleada se encontró un contenido inferior al 1 % de aceite en las muestras tratadas tanto en el laboratorio como en planta piloto.

5.6 PARÁMETROS DE DISEÑO Y ANÁLISIS DEL TANQUE DE LAVADO.

Se realizó el diseño del tanque de lavado debido a la necesidad de mantener ciertos parámetros fijos durante el proceso con el fin de mejorar el lavado de las partículas de cobre, estos parámetros son: velocidad de agitación, tiempo de residencia, volumen de carga y forma de drenado.

Para tener una velocidad de agitación adecuada, se debe mantener las partículas de cobre en suspensión dentro del bulto de la disolución durante el proceso de lavado. Esta variable se determinó después de realizar pruebas a diferentes velocidades en un rango de 700 a 900 R.P.M. dependiendo del contenido de grasa y el tamaño de partícula de la muestra.

Tanto el tiempo de residencia como el volumen a manejar, son factores que se determinaron con anterioridad pero que afectan directamente el diseño del tanque ya que las dimensiones dependen de estos resultados.

Existen otras variables que se manejaron a lo largo del dimensionamiento del tanque las cuales fueron: el patrón de flujo dentro del tanque, el vórtice formado durante el tratamiento de los lodos y la colocación de la propela.

El patrón de flujo se estudio cuidadosamente para obtener resultados satisfactorios, cuidando que el diámetro del tanque sea el apropiado, ya que las paredes ayudan a que el flujo dentro del tanque sea el esperado.

Al desarrollarse el patrón de flujo dentro del tanque, se forma un vórtice causado por la acción de la velocidad de agitación, este vórtice se debe medir y controlar ya que si este toca la propela se forman burbujas de aire provocando espuma, la cual mantendrá separada las partículas grasosas en la superficie y no se limpiaran adecuadamente. Para resolver este problema se debe adecuar la velocidad de agitación y desfasar la flecha del agitador hacia la pared del tanque como se indicó en el capítulo 4.

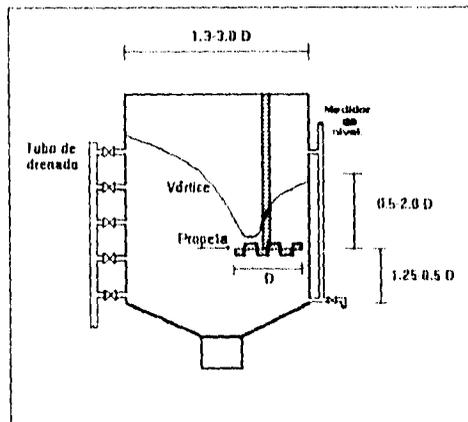


DIAGRAMA 5.1 INTERVALO DE DIMENSIONES PARA EL DISEÑO DEL TANQUE DE LAVADO.

En el diagrama 5.1, se tiene el intervalo en el que tanto la propela como el tanque de lavado desempeñan su mayor eficiencia, son los valores que sirvieron como patrón para dimensionar el tanque de lavado y en la tabla (5.6) se presentan los resultados que se utilizaron tanto en las pruebas de laboratorio como en planta piloto.

Característica del tanque.	Dimensión.
Longitud.	3.2 D
Diámetro	2.2 D
Altura del agitador. (medido desde el fondo.)	0.5 D
Salida del fondo.	0.5 D
Altura de la caída del fondo.	0.6 D

Tabla 5.6 Dimensiones del tanque de lavado.

CONCLUSIONES.

Los parámetros utilizados para la caracterización de los lodos (densidad, viscosidad y tamaño de partícula) fueron útiles para obtener un punto de partida en el análisis de las muestras y las posibles alternativas de limpieza de las partículas de cobre.

Se empleó una técnica de extracción líquido-líquido con diferentes disolventes, que resultó apropiada para determinar la cantidad de aceite que contenían los lodos. El alcohol isopropílico fue el disolvente seleccionado para cuantificar el contenido de aceite y grasa. El alcohol isopropílico además de extraer un elevado contenido de grasa es el que presenta menor riesgo de manejo comparado con las otras alternativas.

La técnica de lavado final está constituida por tres etapas: una de extracción con emulsión residual y dos más empleando tensoactivos. La primera consiste en el uso de emulsión residual que permite su enriquecimiento de aceite por acción de los tensoactivos y dispersantes contenidos en la emulsión de desecho; la segunda, emplea un tensoactivo capaz de reemulsificar el aceite adherido en la interfase sólido-líquido del cobre, y la tercera, por uso de un segundo tensoactivo que posee propiedades altamente deterativas vía micelización y abatimiento de la tensión superficial, las cuales eliminan los contaminantes remanentes de las partículas de cobre.

**ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA**

Los tensoactivos empleados en las dos últimas etapas, no reaccionan con el cobre y presentan biodegradabilidad.

El diseño del tanque de lavado resultó ser adecuado para controlar los parámetros críticos del proceso, tales como: patrón de flujo, altura del vórtice, adecuada dispersión de partículas en el tanque y descarga tanto de los fluidos de desecho como de las partículas de cobre en suspensión; a su vez, se realizaron pruebas para obtener la relación adecuada lodos/solución que garantizara la mayor cantidad de lodos a tratar por etapa.

La fracción extraída de grasa, pone de manifiesto el buen desarrollo de la técnica experimental, así como la adecuada elección tanto de los mecanismos como de los tensoactivos empleados durante el proceso.

Sugiero que en un trabajo futuro se estudien las emulsiones generadas en el tratamiento de lavado de finos de cobre, con el propósito de utilizar los aceites extraídos y recuperar el agua utilizada durante este tratamiento.

BIBLIOGRAFÍA.

- 1.- **Toral, Ma. Teresa.** "Fisicoquímica de superficies y sistemas dispersos." Ed. URMO. (1973).
- 2.- **Drew, Meyers.** "Surfaces, Interfaces and Colloids." Principles and application. Ed. VCH. (1976).
- 3.- **Bourne, M. C.** "The contribution of kinetic studies to the theory and practice of detergency" Proceedings of the second Scandinavian Symposium on surface activity. Stockholm, November, (1964).
- 4.- **John, H. Clint.** "Surfactant Aggregation." Research Associate (Colloid Science) B. P. Research Centre. (1992).
- 5.- **Shah, Dinesh O.** "Macro-and microemulsions" Theory and application. American Chemical Society, Washington D. C. (1985).
- 6.- **Shinoda, Koza and Friberg Sting.** "Emulsions and solubilization" ed. John Wiley and Sons. (1986).
- 7.- **Good, and Stromberg.** "Surface and colloid science" ed. Plenum. (1969).
- 8.- **Becher, Paul.** "Emulsiones teoria y practica." ed. Blume. (1957).
- 9.- **Gerrard, W.** "Solubility of gases and liquids." ed. Plenum Press N. Y. (1976).
- 10.- **Durrans, Thomas H.** "Solvents." ed. D. Van Nostrand. (1957).
- 11.- **ICI American Inc.** "El sistema HLB. Una guía que ahorra tiempo en la selección de emulsificantes." (1980).
- 12.- **Trujillo, Palacios Jose E.** "Tiempo de vida media de emulsiones lubricantes" UNAM (1994).

- 13.- **Resnik, Robert y Holliday David.** "Física" ed. Continental (1980).
- 14.- **Maron, H. Samuel y Prutton F. Carl.** "Fundamentos de fisicoquímica." ed Limusa. (1970).
- 15.- **Danckwerts, P. V.** "Gas-liquid Reactions." ed. Mc Graw-Hill. (1970).
- 16.- **Holland, Charles D.** "Fundamentos de procesos de separación Absorción, Destilación, Evaporación y Extracción." ed. Prentice-Hall Inter. (1989).
- 17.- **C.R.C.** Handbook of solubility Parameters and other cohesion parameters. (1990).
- 18.- **Perry, Robert H** " Biblioteca del ingeniero químico." ed. Mc Graw-Hill. (1993).
- 19.- **Marsden, Cyril** "Solvents guide." ed. London: Cleave Hume. (1963).
- 20.- **Treybal, Roberty Ewald** "Liquid extraction." ed. N. Y. Mc Graw-Hill. (1963).
- 21.- **Blumberg, Ruth.** "Liquid-liquid extraction." ed. Academic. (1988).
- 22.- **Riddick, and Bunger** "Organic solvents. Physical properties and metods of purification." Techniques of chemistry. Volume II ed. Wiley-Interscience. (1988).
- 23.- **Patton, Temple C.** "Paint flow and pigment dispersion." A rheological approach to coating and ink technology. ed. N. Y. Wiley. (1979)