

**CARACTERIZACIÓN DEL TRANSPORTE DE MASA EN UN REACTOR
ELECTROQUÍMICO TIPO FILTRO PRENSA CON ELECTRODOS
BIDIMENSIONALES VIA CORRIENTE LÍMITE MEDIANTE LA REDUCCIÓN DE
Cu(II) A Cu(0)**

**ANGIE KATHERINE LIZCANO PULIDO
CLAUDIA CRISTINA ROMERO DUARTE**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2014

**CARACTERIZACIÓN DEL TRANSPORTE DE MASA EN UN REACTOR
ELECTROQUÍMICO TIPO FILTRO PRENSA CON ELECTRODOS
BIDIMENSIONALES VIA CORRIENTE LÍMITE MEDIANTE LA REDUCCIÓN DE
Cu(II) A Cu(0)**

**ANGIE KATHERINE LIZCANO PULIDO
CLAUDIA CRISTINA ROMERO DUARTE**

**Trabajo de grado como optar al título de:
Ingeniero Químico**

Director:

Julio Andrés Pedraza Avella

Codirectora:

Sandra Milena García Buitrago

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2014

AGRADECIMIENTOS

A Dios quien siempre nos muestra el camino correcto, nos da la sabiduría y fortaleza necesaria para seguir adelante con fe y esperanza.

Al profesor Julio Andrés Pedraza Avella, por su asesoría y orientación durante la realización de nuestro proyecto.

A nuestra querida amiga y codirectora la Ingeniera Sandra Milena García Buitrago por su constante colaboración, apoyo y acompañamiento.

A la Universidad industrial de Santander que nos abrió sus puertas y nos formó como unas profesionales con alta calidad humana y académica.

A la escuela de Ingeniería química que fue nuestro segundo hogar y a su cuerpo docente quienes nos brindaron todo su conocimiento y experiencia.

A nuestros compañeros y a todas las personas que hicieron parte de nuestra paso por la gloriosa Universidad Industrial de Santander.

Dedicado

*A mis padres, los seres más maravillosos de este mundo a quienes les
debo todo lo que soy.*

*Mi papito, mi ángel guardián y el amor de mi vida, mi mayor
ejemplo, mi guía, mi fortaleza, la estrella que ilumina cada uno de
mis días.*

*Mi mamita hermosa a quien le pertenece todo el crédito de este
nuevo logro, por su ternura, comprensión e infinito amor, por sus
enseñanzas, su constante apoyo y porque sencillamente la adoro con
todas las fuerzas de mi corazón.*

*A Jenny mi princesa, mi hermana, mi compañera incansable, mi luz
y motivación para seguir adelante.*

*A mis tíos que siempre me han acompañado. Me queda difícil decir a
quien quiero más pero, lo que sí tengo claro es que son grandes
personas a quienes respeto, valoro y quiero mucho.*

*Y no podía faltar mi abue, mi abuelita María, mi abuelita adorada
con su gran corazón, modelo a seguir y a quien debo tantas cosas y
bendiciones. Sé que desde el cielo me acompaña.*

*A mis amigos del cole Diana Andrea, Tuchi, Mabel, Wilson y mis
amigos de la UIS Tata, Jessi, Adri, Luis, Uri, Caro, Dianita y Mayis
por su amistad y todos los bonitos momentos compartidos.*

*A Kathe que más que una amiga mi hermana de corazón por su
sencillez, buena energía, amistad verdadera y por tantos momentos
que compartimos y que espero sean muchos más.*

Claudia Cristina Romero Duarte

*A mis padres **Evila Pulido** y **Luis Ernesto Lizcano**, quienes me dieron la educación que deseaba, el amor y apoyo necesario para seguir adelante. A ustedes les debo lo que soy.*

*A mi hermano **Gerson Lizcano** quien con sus curiosidades y preguntas siempre han sido un estímulo para continuar aprendiendo.*

*A mi tía **Elisa Lizcano** por su ejemplo, sus consejos y su constante apoyo.*

A mi numerosa familia por siempre creer en mí.

*A **Juan Camilo** que un día aprenderá a leer. Haré todo lo posible para acompañarte, ser tu consejo, tu guía y tu mejor ejemplo. Gracias por tu sonrisa que ilumina mis días*

*A mis amigos de universidad **Adri, Clau, Dianita, Jessi, Luis, Maya, Tata y Uri** por hacer de la "u" un lugar más cálido y humano, por sus palabras de aliento, su apoyo incondicional y por todas las risas en los momentos cotidianos y en los de tertulia.*

*A mis amigas de toda la vida **Caro, Lina y Vane** por demostrarme que aunque la vida nos lleve por distintos caminos la amistad siempre perdura.*

A quien admiro, ha sido un ejemplo y siempre tiene algo para enseñarme, muchas gracias tus consejos y palabras de aliento. Gracias por tu comprensión y apoyo durante el desarrollo de esta tesis.

A todos ¡Muchas gracias por su cariño!

Angie Katherine Lizcano

CONTENIDO

| | Pág. |
|---|------|
| INTRODUCCIÓN | 18 |
| 1. MARCO TEORICO | |
| 1.1 Ingeniería Electroquímica | 20 |
| 1.2 Reactor Electroquímico | 20 |
| 1.3 Fenómenos de transporte en reactores electroquímicos | 21 |
| 1.4 Transporte de masa | 22 |
| 1.5 Mecanismo difusión-convección | 23 |
| 1.6 Número adimensionales utilizados en la caracterización de reactores electroquímicos | 24 |
| 2 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL | |
| 2.1 Preparación de los electrodos | 26 |
| 2.1.1 Ánodo | 26 |
| 2.1.2 Cátodo | 27 |
| 2.2 Reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 | 27 |
| 2.3 Medición del área electroactiva de los electrodos | 29 |
| 2.4 Estudios electroquímicos utilizando el sistema $Cu(II) + 2e^{-1} \rightarrow Cu(0)$ | 30 |
| 2.4.1 Solución modelo | 30 |
| 2.4.2 Estudio de microelectrólisis para determinar el potencial de reducción de Cu(II) a Cu(0) | 31 |
| 2.4.3 Estudios de macroelectrólisis para determinar los coeficientes de transferencia de masa (K_m) en el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 | 31 |
| 2.4.4 Caracterización del reactor electroquímico filtro prensa | 32 |

| | |
|---|----|
| 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN | |
| 3.1 Determinación del área electroactiva | 33 |
| 3.2 Estudios de microelectrólisis para determinar el potencial de reducción de Cu(II) a Cu(0) | 35 |
| 3.3 Estudios de macroelectrólisis para determinar los coeficientes de transferencia de masa (K_m) en el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 | 36 |
| 3.4 Caracterización del reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 | 39 |
| 4 CONCLUSIONES | 44 |
| 5 BIBLIOGRAFIA | 45 |
| ANEXOS | 48 |

LISTA DE FIGURAS

| | Pág. |
|---|------|
| Figura 1. Etapas de un proceso catódico | 22 |
| Figura 2. Diagrama esquemático del reactor a caracterizar | 27 |
| Figura 3. Sistema Hidráulico | 29 |
| Figura 4. Voltamperogramas cíclicos sobre una malla tejida de 40 huecos por pulgada en acero inoxidable AISI 304 a diferentes velocidades de barrido | 33 |
| Figura 5. Correlación de la corriente máxima vs. Velocidad de barrido | 34 |
| Figura 6. Voltamperograma lineal para determinar el intervalo de potencial de reducción de Cu(II) a C(0) | 35 |
| Figura 7. Curvas de densidad de corriente vs. potencial catódico a diferentes velocidades promedio de flujo | 37 |
| Figura 8 Correlación de los números Sh y Sc en función del número de Re para el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 | 40 |
| Figura 9. Correlación del $\log Sh$ en función del número de Re para diferentes reactores electroquímicos filtro prensa | 43 |

LISTA DE TABLAS

| | Pág. |
|--|-------------|
| Tabla 1. Dimensiones de canal | 28 |
| Tabla 2. Coeficientes de transferencia de masa a diferentes razones de flujo | 38 |
| Tabla 3. Número de Reynolds y Sherwood para el reactor electroquímico filtro prensa UIS –GIMBA 01 | 39 |
| Tabla 4. Parámetros característicos del transporte de masa en reactores electroquímicos tipo filtro prensa. | 41 |

LISTA DE ANEXOS

| | Pág. |
|--|-------------|
| Anexo A. Capa límite difusión- convección. | 48 |
| Anexo B. Electrodo empleados en el reactor filtro prensa uis-gimba 01. | 50 |
| Anexo C. Distribuidor de flujo del reactor filtro prensa UIS-GIMBA 01 | 51 |
| Anexo D. Sistema hidráulico del reactor electroquímico UIS-GIMBA 01 | 53 |
| ANEXO E. Montaje para las pruebas de microelectrólisis | 54 |
| ANEXO F. Curvas cronoamperométricas para la solución modelo Cu(II)/Cu(0) a diferentes caudales. | 55 |

NOMENCLATURA

| Símbolo | Definición | Unidades |
|----------------|---|----------------------------|
| A | Área electroactiva del electrodo | m^2 |
| a | Parámetro característico relacionado con la geometría y tamaño de la celda | |
| b | Parámetro característico relacionado con el régimen hidrodinámico del fluido. | |
| C_{∞} | Concentración del reactante en el seno de la solución. | $mol \cdot cm^{-3}$ |
| d_e | Diámetro equivalente del reactor | m^2 |
| D | Coefficiente de difusión de la especie electroactiva | $m^2 s^{-1}$ |
| E | Potencial | V |
| F | Constante de Faraday | $A \cdot s \cdot mol^{-1}$ |
| i | Corriente | A |
| i_{lim} | Corriente para un proceso electroquímico controlado por transporte de masa | A |
| i_p | Corriente de pico. | A |
| J | Densidad de corriente | $A \cdot m^{-2}$ |
| K_m | coeficiente de transferencia de masa | |
| n | Número de electrones intercambiados | |
| Re | Número de Reynolds | |
| Sc | Número de Schmidt | |
| Sh | Número de Sherwood | |
| V | Velocidad promedio de flujo | $m \cdot s^{-1}$ |
| ϑ | viscosidad cinemática del fluido | $m^2 s^{-1}$ |
| v | Velocidad de barrido | $V \cdot s^{-1}$ |

RESUMEN

TITULO: CARACTERIZACIÓN DE UN REACTOR ELECTROQUÍMICO TIPO FILTRO PRENSA CON ELECTRODOS BIDIMENSIONALES VIA CORRIENTE LÍMITE MEDIANTE REDUCCION DE Cu(II) A Cu(0) *

AUTORES: LIZCANO PULIDO, Angie Katherine, y, ROMERO DUARTE, Claudia Cristina. **

PALABRAS CLAVES: coeficientes transferencia de masa, reactor electroquímico, corriente límite.

DESCRIPCIÓN: Este trabajo está enmarcado en el trabajo de investigación de maestría en ingeniería química “Estudio de la factibilidad de implementación de un proceso fotoelectroquímico para la remoción de mercurio y oxidación de cianuro en solución acuosa”. El presente trabajo da a conocer los resultados de la caracterización del reactor electroquímico tipo filtro prensa UIS-GIMBA 01 que utiliza como cátodo una malla tejida de acero inoxidable AISI 304 y como ánodo una malla expandida de acero inoxidable AISI 304 dopada con una película semiconductor de TiO_2-N , para ello se utilizó la metodología de corriente límite a diferentes condiciones hidrodinámicas (0,76, 1,00, 1,50, 2,00 LPM) usando el sistema cobre en medio de sulfatos a pH ácido. Se realizó un estudio de microelectrólisis para determinar el potencial de reducción del Cu(II) mediante voltamperometría lineal y un estudio de macroelectrólisis para determinar los coeficientes de transferencia de masa K_m empleando la técnica cronoamperometría. Se obtuvieron valores de coeficientes de transferencia de masa K_m del mismo orden de magnitud (10^{-5}) que los reportados en la literatura para otros reactores electroquímicos tipo filtro prensa caracterizados con el sistema modelo de reducción de Cu(II).

La caracterización se realiza mediante la correlación de números adimensionales $Sh = aRe^bSc^{0.33}$, donde Sh es el número de Sherwood $Sh = K_m d_e / D$, Re es el número de Reynolds $Re = V d_e / \nu$ y Sc es el número de Schmidt $Sc = \nu / D$, a está asociada a la geometría y dimensiones del reactor y b asociado a la hidrodinámica del fluido. El valor de la constante a fue 7,081 y el exponente b 0,3475.

* Trabajo de grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director Julio Andrés Pedraza Avella. Codirector Sandra Milena García.

ABSTRACT

TITLE: CHARACTERIZATION OF A FILTER-PRESS TYPE ELECTROCHEMICAL REACTOR WITH TWO-DIMENSIONAL ELECTRODE BY LIMITING CURRENT USING REDUCTION Cu (II) TO Cu (0) *

AUTHORS: LIZCANO PULIDO, Angie Katherine, y, ROMERO DUARTE, Claudia Cristina. **

KEYWORDS: mass transfer coefficients, electrochemical reactor, limiting current.

DESCRIPTION: This study is framed in the master investigation in chemical engineering "Study the feasibility of implementing a photoelectrochemical process for simultaneous reduction and oxidation of mercury cyanide in effluents from gold mining process" This study presents the results of the characterization of filter-press type electrochemical reactor UIS-GIMBA 01 that uses as cathode a woven stainless steel AISI 304 mesh and as anode an expanded stainless steel AISI 304 mesh doped with a N-TiO₂ film, for it was used limiting current methodology to different hydrodynamic conditions (0,76, 1,00, 1,50, 2,00 LPM) using the system the reduction of Cu(II) ions in aqueous sulfate solution. A micro-electrolysis study was carried out to determine the reduction potential of the Cu(II) by lineal voltammetry technique and macro-electrolysis study to estimate the mass transfer coefficients, K_m by chronoamperometry technique. Values of mass transfer coefficients K_m were the same order of magnitude (10^{-5}) than reported in the literature for other filter press type electrochemical reactors characterized by model system reduction of Cu (II).

The characterization was carried out by dimensionless correlation $Sh = aRe^bSc^{0.33}$ where Sh is the Sherwood number $Sh = K_m d_e / D$, Re is the Reynolds number $Re = V d_e / \nu$ and Sc is the Schmidt number $Sc = \nu / D$, a is characteristic of the design geometry and reactor size and b reflects the fluid flow influence. the value of a was 7,081, and the exponent b was 0,3475.

*Thesis

** Faculty of Engineering physic-chemical. School of Chemical Engineering. Director Julio Andrés Pedraza Avella. Co-director. Sandra Milena García

INTRODUCCIÓN

Los avances tecnológicos junto con el desarrollo de nuevos materiales y geometrías para los electrodos han contribuido al progreso de la ingeniería electroquímica en diversas aplicaciones tales como la electrosíntesis, el tratamiento de superficies, la extracción y purificación de metales y la solución de problemas ambientales relacionados con el tratamiento de efluentes provenientes de diversas industrias [12].

El reactor electroquímico es el corazón de todo proceso electroquímico por tanto, su caracterización es de gran importancia para elegir las condiciones de operación óptimas y su posterior escalamiento y aplicación industrial [9]. El estudio de las distintas variables y parámetros que determinan el comportamiento del reactor electroquímico se hace mediante el uso de métodos electroquímicos. Estos métodos son utilizados para análisis cualitativos y cuantitativos, estudiar procesos de transferencia de masa y mecanismos de reacciones electródicas [9, 16].

En la caracterización del reactor electroquímico se puede hacer uso de dos estrategias; ecuaciones fundamentales, lo cual exige un alto requerimiento matemático y computacional; y caracterización experimental, lo cual exige el uso de números adimensionales [14]. Dicha caracterización experimental emplea soluciones modelo como ferricianuro/ferrocianuro de potasio, ión triyoduro en medio de yoduro potásico y/o iones cúprico en medio de sulfato ácido [18].

En este trabajo de investigación se pretende caracterizar el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 vía corriente límite empleando una solución modelo de Cu(II) en un medio de sulfatos a pH ácido con el fin de obtener la correlación adimensional que describe el comportamiento del reactor y así poder compararlo con reactores electroquímicos del mismo tipo propuestos en la literatura.

Este trabajo está enmarcado en el trabajo de investigación de maestría en ingeniería química “Estudio de la factibilidad de implementación de un proceso

fotoelectroquímico para la remoción de mercurio y oxidación de cianuro en solución acuosa” que hace parte del macroproyecto de COLCIENCIAS 9416 “Remoción de cianuro y mercurio presentes en los efluentes de la minería del oro mediante fotoelectrólisis” en el cual se utiliza el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01. Para caracterizar dicho reactor, se escogió el sistema modelo Cu(II) en medio de sulfatos a pH ácido debido que presenta baja sensibilidad a la luz y características similares al comportamiento del mercurio dada su naturaleza metálica [10]

La caracterización del transporte de masa en el reactor electroquímico toma importancia en el desarrollo de este proyecto de investigación ya que, se hace necesario conocer tanto los parámetros que lo caracterizan como la eficiencia del transporte de masa dentro del mismo para un posterior escalamiento y aplicación a nivel industrial. Para el desarrollo de éste trabajo, inicialmente se estudió las condiciones necesarias para llevar a cabo la reducción de Cu(II) a Cu(0) a partir de estudios de microelectrólisis; posteriormente, se determinó los coeficientes de transferencia de masa (K_m) a diferentes condiciones hidrodinámicas y finalmente se procedió a caracterizar el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 mediante números adimensionales.

1. MARCO TEORICO

1.1. Ingeniería electroquímica

La ingeniería electroquímica tiene como principal objetivo el diseño, caracterización y operación del reactor electroquímico, tratando de dar al ingeniero los elementos necesarios para su dimensionamiento o para la adaptación de reactores existentes en una operación específica [15, 18]

La ingeniería electroquímica tiene una gran variedad de aplicaciones entre las que se encuentran la síntesis de compuestos orgánicos, tratamiento de residuos, recuperación de metales pesados (Pb, Cd, Cu), deposiciones metálicas, etc. [4,9,18,] Particularmente la recuperación de metales permite obtener productos de alta pureza y es una alternativa más ecológica frente a los métodos tradicionales [12]

1.2. Reactor electroquímico

El reactor electroquímico es un montaje controlado que puede operar en batch o continuo, capaz de soportar una reacción electroquímica de aplicación práctica mediante el paso de una corriente eléctrica a través de sus electrodos (ánodo y cátodo) en contacto con un electrolito conductor. Es importante tener en cuenta las condiciones energéticas de potencial, la densidad de corriente y la influencia de la composición química de la solución para garantizar una eficiente transformación [18].

Los electrodos deben tener buena conductividad eléctrica para garantizar un consumo eficiente de energía [17], su material debe ser estable en el medio para evitar: deterioro y/o corrosión, contaminaciones en el producto, incrementos en los consumos de: energía, material y mano de obra. La elección del área también es importante para obtener una buena transferencia en la interfase electrodo/electrolito [18].

Los electrodos se clasifican en bidimensionales y tridimensionales, los primeros se caracterizan por tener un área superficial baja y se usan en procesos en los cuales la velocidad promedio de flujo es baja, ejemplos de ellos son: placas, láminas, cilindros sólidos (equivalente a una lámina curvada) [18]. Los electrodos tridimensionales presentan diferentes geometrías como arreglos de mallas y electrodos porosos entre otros, cuyo principal objetivo es obtener una mayor área superficial y mayor velocidad de conversión con respecto a los bidimensionales [17].

En algunos casos se emplean membranas de intercambio iónico selectivas con el fin de separar los productos, prevenir su contaminación y así asegurar el rendimiento del proceso. Cabe resaltar que el uso de membranas incrementa la complejidad del sistema, la resistividad del electrolito (sobrepotencial requerido) y el costo [18].

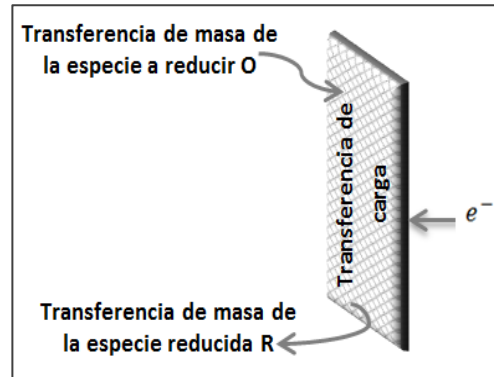
Uno de los reactores electroquímicos más empleado es el reactor de electrodos de placas paralelas o comúnmente llamado filtro prensa dada su simplicidad de construcción, conexiones de electrodo y sellado de membranas. En este tipo de reactor las distribuciones de potencial y corriente son uniformes y pueden manejar un amplio intervalo de flujos de electrolitos[16].

1.3. Fenómenos de transporte en reactores electroquímicos

Un proceso electródico, es una reacción catalítica heterogénea acompañada por transferencia de carga y transferencia de masa en la interfase electrodo/electrolito [16]. Estos involucran generalmente tres fenómenos: el primero es una transferencia de masa desde el seno de la solución hacia la interfase, el segundo es una transferencia de carga, reacción electroquímica en el electrodo y el tercero es un proceso de transferencia de masa por difusión y convección, donde los productos deben desplazarse al seno de la solución a fin de

permitir que otras especies ocupen la superficie del electrodo y reaccionen, como se ilustra en la Figura 1. [8, 11].

Figura 1. Etapas de un proceso catódico.



Fuente: Autor

De estas tres etapas, aquella cuya velocidad sea menor controlará el proceso electroquímico. Generalmente, se busca que todo el proceso esté controlado por la velocidad a la que las especies llegan al electrodo, es decir, por transporte de masa, especialmente cuando la concentración de la especie electroactiva es baja, ya que la conversión del reactivo dependerá de las condiciones hidrodinámicas [4].

1.4. Transporte de masa

Las diferentes formas de transporte de masa para un proceso electroquímico son:

Migración: Movimiento de las especies cargadas debido a un gradiente de potencial eléctrico entre el ánodo y el cátodo [4].

Difusión: Movimiento de las especies debido a diferencias de concentración entre la interfase y la solución [4].

Convección: Movimiento de las especies originado por un gradiente de velocidad [4].

En los experimentos electroquímicos se usa un exceso de electrolito soporte electroquímicamente inerte, para asegurar que la migración de la especie electroactiva no limite el transporte de masa y se lleve a cabo por difusión, convección o por la combinación de estos dos [4]. El exceso de electrolito soporte incrementa la conductividad de la solución, mejorando el funcionamiento del circuito electrónico al reducir la caída óhmica en la celda [13].

1.5. Mecanismo difusión-convección

En los procesos electroquímicos con agitación o de flujo continuo la convección es la contribución predominante en la transferencia de masa, sin embargo también se presenta difusión en la superficie del electrodo por ello, estos procesos se llevan a cabo bajo el mecanismo difusión-convección como se explica en el Anexo A [4,16]

En los procesos donde el transporte de masa se lleva a cabo por difusión-convección, y bajo condiciones hidrodinámicas establecidas, una vez que la concentración del reactante en la superficie del electrodo cae a cero, la transferencia electrónica es muy rápida y la velocidad de la reacción electroquímica dependerá de la velocidad de transferencia de masa. Se alcanza un valor de corriente máxima (límite) independiente del potencial del electrodo y con la que se obtiene el mayor rendimiento. Como la corriente está controlada por el transporte de masa puede ser descrita en función del coeficiente de transferencia de masa K_m de la siguiente manera:

$$i_{lim} = nFK_mAC_{\infty} \quad (1)$$

en donde n es el número de electrones intercambiados, F es la constante de Faraday (96.485 A·s/mol), K_m es el coeficiente de transferencia de masa, A es el área electroactiva del electrodo y C_{∞} es la concentración del reactante en el seno de la solución.

Para este proceso electroquímico se considera que:

- ✓ No hay reacciones secundarias.
- ✓ Hay una distribución uniforme de la corriente (i) y del potencial (E).
- ✓ La disminución de la concentración de la especie electroactiva no es significativa, por lo que la concentración del seno de la solución se considera constante [4].

1.6. Números adimensionales utilizados en la caracterización de reactores electroquímicos

Distintos grupos adimensionales permiten correlacionar el coeficiente de transferencia de masa con las variables que se involucran en la medición experimental de dicho coeficiente; como ejemplo, se citan los siguientes grupos adimensionales:

El número de Sherwood (Sh), describe la relación que existe entre el transporte convectivo y transporte difusivo de masa y está definido como:

$$Sh = \frac{K_m d_e}{D} \quad (2)$$

en donde K_m es el coeficiente de transferencia de masa, d_e el diámetro equivalente del reactor y D es el coeficiente de difusión de la especie electroactiva.

El número de Reynolds (Re), relaciona la intensidad de convección forzada, con respecto a los esfuerzos viscosos

$$Re = \frac{V d_e}{\vartheta} \quad (4)$$

donde V es la velocidad promedio de flujo, d_e es el diámetro equivalente del reactor y ϑ es la viscosidad cinemática del fluido.

Por último, el número de Schmidt (Sc), relaciona las propiedades de cantidad de movimiento del electrolito, con respecto a la difusión de la especie electroactiva de interés:

$$Sc = \frac{\vartheta}{D} \quad (5)$$

en donde ϑ es la viscosidad cinemática del fluido y D es el coeficiente de difusión de los iones de interés.

El uso de los números adimensionales, es muy común en la ingeniería química, ya que permiten comparar reactores del mismo tipo independientemente de sus dimensiones. De esta manera, al caracterizar un reactor electroquímico donde ocurre una reacción controlada por el transporte de masa (difusión-convección), es conveniente correlacionar los números adimensionales antes descritos de la siguiente forma:

$$Sh = aRe^b Sc^c \quad (6)$$

donde el parámetro característico a se relaciona con la geometría y tamaño de la celda, mientras que b se relaciona con el régimen hidrodinámico del fluido y c adquiere el valor de 0,33 para reactores tipo filtro prensa [4].

2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

La siguiente metodología fue empleada para el estudio del transporte de masa en el compartimiento catódico del reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01.

2.1. Selección y preparación de los electrodos

La selección de los materiales para el cátodo y ánodo así como su preparación se realizó con base en trabajos anteriores [5].

2.1.1. Ánodo

Como ánodo se utilizó una malla expandida IMT-10 calibre 20 en acero inoxidable AISI 304 recubierta con una película semiconductor de $\text{TiO}_2\text{-N}$ de área geométrica 70 cm^2 (ver Anexo B.1). Las películas fueron preparadas por el método sol-gel y la técnica de dip-coating. Para la obtención del sol se mezclaron: 1 mL de acetilacetona (Aldrich, 99%, empleada como agente acomplejante), 0,6 mL de ácido nítrico (Carlo Erba, 65%, empleado para regular el pH) y 30 mL de agua desionizada. La mezcla se agitó durante 30 minutos a temperatura ambiente. Seguidamente se adicionó gota a gota una solución con 5 mL de tetraisopropóxido de titanio (Aldrich, 97%, empleado como precursor del TiO_2) y 5 mL de isopropanol (Merck, 99.8%, empleado como solvente). La mezcla se agitó por 12 h. Posteriormente se agregó gota a gota 5 mL de trietilamina (Merck, 99%, empleado como agente dopante de N). La mezcla se agitó nuevamente por 12 h hasta obtener el sol. A continuación se procedió al recubrimiento de las mallas con el sol empleando una velocidad de retiro de 6 cm/min. La película se secó a temperatura ambiente por 30 min. Luego se realizó un tratamiento hidrotermal en autoclave a 17 psi y $125 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 4 h para favorecer el dopaje. Finalmente, la película se calcinó a 300°C por 1 h. [2, 5].

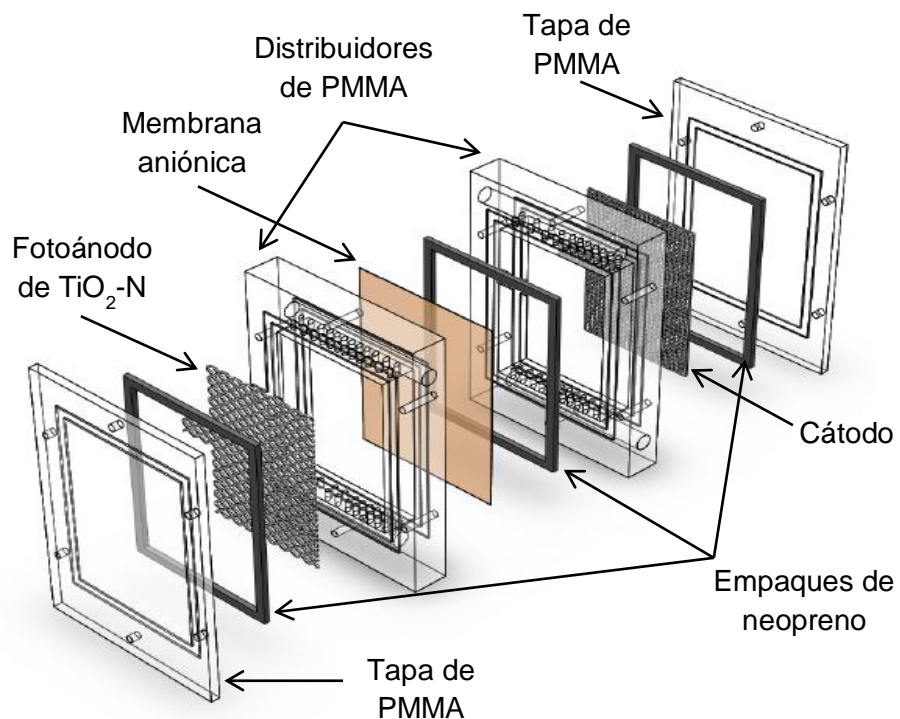
2.1.2. Cátodo

El cátodo empleado es una malla tejida de 40 huecos por pulgada en acero inoxidable AISI 304 de área geométrica 70 cm^2 . El cátodo fue sometido previamente a un baño ultrasónico con etanol y posteriormente con acetona durante 20 min (ver Anexo B.2).

2.2. Reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01

El diseño detallado del reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 construido se muestra en la Figura 2.

Figura 2 Diagrama esquemático del reactor a caracterizar



Fuente: Autor

El reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 esta construido en polimetilmetacrilato (PMMA) y consiste en un montaje con múltiples divisiones rectangulares separadas por empaques de neopreno y selladas con 6 tornillos de 4 mm de espesor en sus extremos para evitar las fugas de fluido. Los distribuidores de PMMA, donde se establece la zona para llevar a cabo la reacción, presentaban unos difusores a la entrada y salida (canales cilíndricos) con el fin de permitir la distribución adecuada del flujo, mantener un perfil desarrollado y evitar la formación de caminos preferenciales, zonas muertas y/o recirculaciones (ver Anexo C). El reactor operó con dos distribuidores de PMMA separados por una membrana aniónica Ameridia Neosepta AMX. Los electrodos empleados para llevar a cabo la caracterización del reactor se fijaron a los extremos de los distribuidores y fueron sujetos con empaques de neopreno a las tapas de PMMA. Las dimensiones del reactor electroquímico se presentan en la Tabla 1.

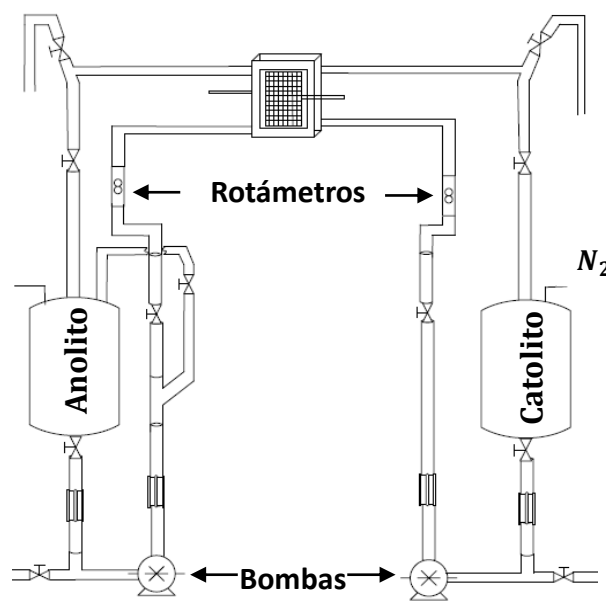
Tabla 1 Dimensiones del canal

| Ancho, A (cm) | Espesor, B (cm) | Longitud, L (cm) | Diámetro equivalente, d_e (m) |
|------------------|--------------------|---------------------|------------------------------------|
| 7,0 | 2,0 | 10,0 | 0,0311 |

Fuente: Autor

El modo de operación del reactor es continuo con recirculación; lo cual requiere de un sistema hidráulico para mantener la recirculación constante del fluido de trabajo. El sistema hidráulico se ilustra en la Figura 3.

Figura 3. Sistema hidráulico



Fuente: Autor

El sistema está compuesto por dos contenedores de PET con capacidad de 4 L para el almacenamiento de la solución de trabajo, ocho válvulas de PVC de ½ pulgada, dos bombas centrífugas marca Little Giant modelo 2-MD, dos rotámetros marca Dywermot 144^a, tuberías y conexiones de PVC Pavco (ver Anexo D).

2.3. Medición del área electroactiva de los electrodos

Para determinar el área electroactiva del electrodo se efectuó una serie de voltamperometrías cíclicas a diferentes velocidades de barrido (20, 50, 75, 100, 125, 150 mV/s) en el sistema modelo, solución 0,004 M de ferricianuro $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ 1,0 M de nitrato de potasio KNO_3 . La aplicación de pulsos de potencial durante la voltamperometría cíclica permitió monitorear la corriente producida por la reducción de ferricianuro $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ a ferrocianuro $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ [1]

Se utilizó un sistema de tres electrodos en una celda de vidrio Pyrex de volumen 100 mL bajo una atmósfera permanente de nitrógeno con el objetivo de evitar que las mediciones voltamperométricas sean afectadas por la reducción del oxígeno presente. Se estudió el electrodo empleado como cátodo el cual consistió en: una malla tejida de 40 huecos por pulgada en acero inoxidable AISI 304 de área geométrica 1 cm^2 y cuando se estudió el electrodo empleado como ánodo se utilizó una malla expandida IMT-10 calibre 20 en acero inoxidable AISI 304 recubierta con una película semiconductor de $\text{TiO}_2\text{-N}$ de área geométrica $0,5 \text{ cm}^2$ (un rombo). El electrodo auxiliar consistió en una barra de grafito de $6,15 \times 102 \text{ mm}$ (Alfa Aesar, 99,9995%) y el electrodo de referencia fue un electrodo de Ag/AgCl 3M. Se seleccionó un intervalo de potencial entre $-0,57$ y $0,88 \text{ V}$ vs Ag/AgCl iniciando el barrido de potencial a partir del potencial de circuito abierto (OCP, *Open Circuit Potencial*) en dirección negativa a diferentes velocidades de barrido previamente mencionadas.

2.4. Estudios electroquímicos utilizando el sistema $\text{Cu(II)} + 2e^{-1} \rightarrow \text{Cu(0)}$

2.4.1 Solución modelo

La reducción de Cu(II) en un medio de sulfatos a pH ácido es el sistema más empleado para estudios de caracterización del transporte de masa en reactores electroquímicos empleados para la recuperación de metales. Este sistema es muy estable, presenta baja sensibilidad a la luz [18] y ocurre a potenciales lejanos de donde la evolución de hidrogeno se lleva acabo [9]

Los estudios electroquímicos se llevaron a cabo empleando dos soluciones, una para el catolito y otra para el anolito. La solución para el compartimiento catódico consistió en una solución $0,01 \text{ M}$ de Cu_2SO_4 y $0,5 \text{ M}$ de NaSO_4 la cual es preparada con agua desionizada y el pH ajustado a 2 con H_2SO_4 . Adicionalmente, este sistema es burbujeadado con nitrógeno durante 20 min antes de iniciar los experimentos para minimizar el efecto que el oxígeno disuelto tiene sobre las

respuestas voltamperométricas. La solución para el compartimiento anódico consistió en una solución 0,5 M de Na₂SO₄ también ajustado a pH 2.

2.4.2. Estudio de microelectrólisis para determinar el potencial de reducción de Cu(II) a Cu(0)

La técnica electroquímica empleada fue la voltamperometría lineal, la cual consiste en aplicar sobre el electrodo de trabajo un barrido de potencial para obtener una respuesta en corriente [3]. Se inició el barrido desde el potencial de circuito abierto (OCP) hacia potenciales más negativos a una velocidad de barrido de 30 mV/s.

Para éste estudio se utilizó un potenciostato-galvanostato Autolab 302N y una celda de vidrio Pyrex de tres electrodos. El electrodo de trabajo consistió en una malla tejida de 40 huecos por pulgada en acero inoxidable AISI 304 de área geométrica 1 cm², el electrodo auxiliar consistió en una barra de grafito de 6,15×102 mm (Alfa Aesar, 99,9995%) y el electrodo de referencia fue un electrodo de Ag/AgCl 3M (ver Anexo E).

2.4.3. Estudios de macroelectrólisis para determinar los coeficientes de transferencia de masa (K_m) en el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01.

Para éste estudio se utilizó un potenciostato-galvanostato Autolab 302N y el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01. El cátodo consistió en una malla tejida de 40 huecos por pulgada en acero inoxidable AISI 304, de área geométrica 70 cm² (área electroactiva de 86,6 cm²). El ánodo consistió en una malla expandida IMT-10 calibre 20 en acero inoxidable AISI 304 recubierta con una película semiconductor de TiO₂-N de área geométrica 70 cm² y el electrodo de referencia utilizado fue Ag/AgCl 3M.

Estos estudios se realizaron para determinar el coeficiente de transferencia de masa K_m y así obtener las correlaciones adimensionales del reactor

electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01. La técnica electroquímica empleada fue la cronoamperometría, que consiste en medir la intensidad de corriente que fluye por un electrodo en función del tiempo, cuando se somete a un escalón de potencial [1]. Los pulsos de potencial se aplicaron al electrodo de trabajo durante 3 s y fueron elegidos a partir de los estudios de microelectrólisis realizados previamente, $-0,75 \text{ V} \leq E \leq 0,10 \text{ V}$ vs. Ag/AgCl, iniciando desde el potencial de circuito abierto (OCP) a diferentes razones de flujo (0,76, 1,00, 1,50 y 2,00 L/min).

2.4.4. Caracterización del reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01.

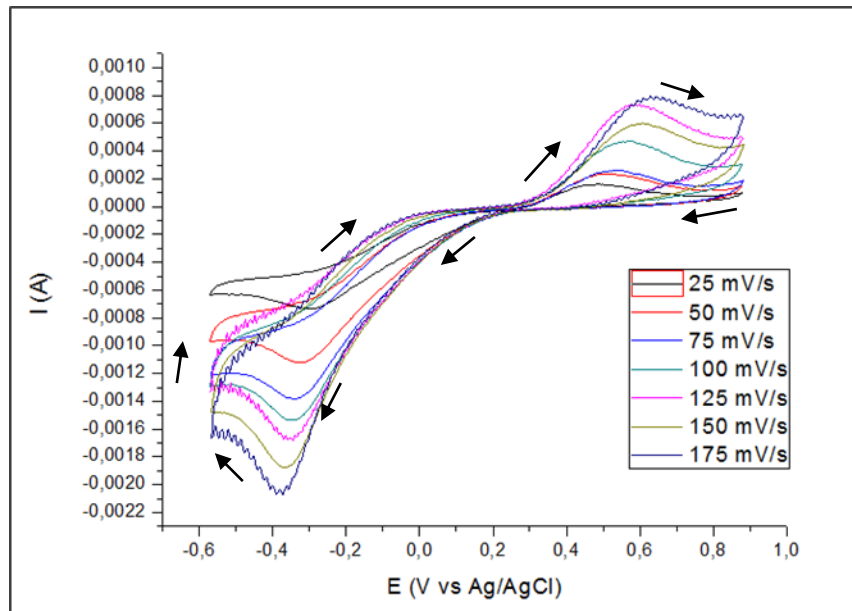
Una vez determinados los coeficientes de transferencia de masa (K_m) para cada una de las velocidades promedio de flujo, se caracteriza el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 mediante la correlación $Sh = aRe^bSc^{0.33}$ con el fin obtener los parámetros característicos a y b y de esta manera comparar las propiedades de transporte de masa con otros sistemas electroquímicos.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Determinación del área electroactiva

Los resultados obtenidos al aplicar la técnica de voltamperometría cíclica sobre una malla tejida de 40 huecos por pulgada en acero inoxidable AISI 304 de área geométrica 70 cm^2 en una solución $0,004 \text{ M}$ de ferricianuro $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ se muestran en la Figura 4.

Figura 4. Voltamperogramas cíclicos sobre una malla tejida de 40 huecos por pulgada en acero inoxidable AISI 304 a diferentes velocidades de barrido.



Fuente: Autor

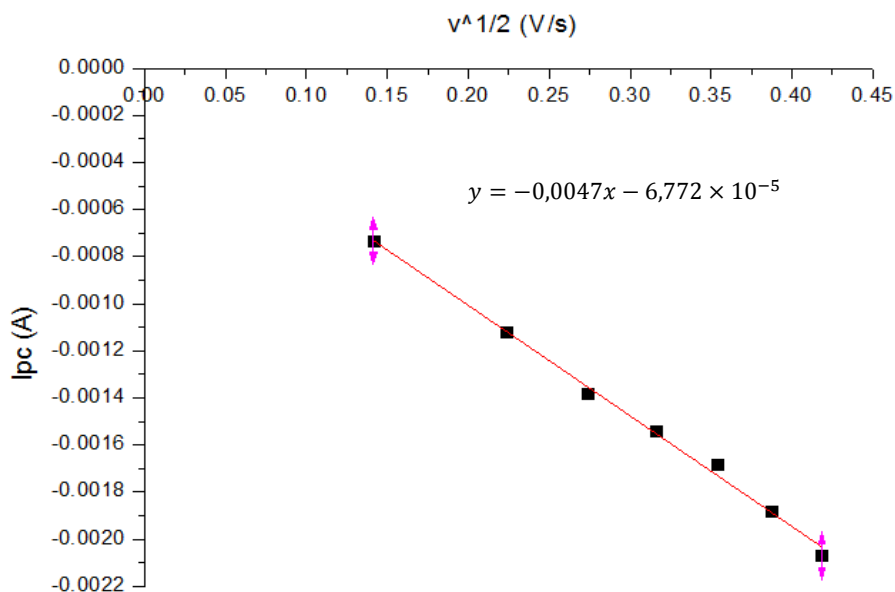
A partir de las curvas obtenidas experimentalmente (Figura 4) se determinaron las corrientes máximas para cada velocidad de barrido con el fin de determinar el área

electroactiva del electrodo empleando la ecuación de Randles-Sevick, de la siguiente manera:

$$i_p = (2,69 * 10^5) \cdot n^{3/2} \cdot A \cdot C_{\infty} \cdot D^{1/2} \cdot v^{1/2} \quad (7)$$

donde i_p es la corriente de pico en (A), n el número de electrones intercambiados ($2 e^-$), A el área electroactiva del electrodo en cm^2 , C_{∞} corresponde a la concentración de la especie electroactiva ($4 \times 10^{-6} \text{ mol/cm}^3$), D es el coeficiente de difusión, de la especie oxidada ($7,60 \times 10^{-6} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$) y de la especie reducida ($6,30 \times 10^{-6} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$) y v es la velocidad de barrido a la que se lleva a cabo las voltamperometrías cíclicas. Al correlacionar las corrientes máximas con la ecuación de Randles-Sevick (Ec. 7) y mediante una regresión lineal (Fig. 5) se calculó el área electroactiva de 1 cm^2 de malla tejida de 40 huecos por pulgada en acero inoxidable AISI 304

Figura 5. Correlación de la corriente máxima vs. velocidad de barrido.



Fuente: Autor

El valor de la pendiente obtenida de la regresión lineal (Figura 5) corresponde a 0,0047. Conocido este valor se puede obtener el valor del área electroactiva del electrodo.

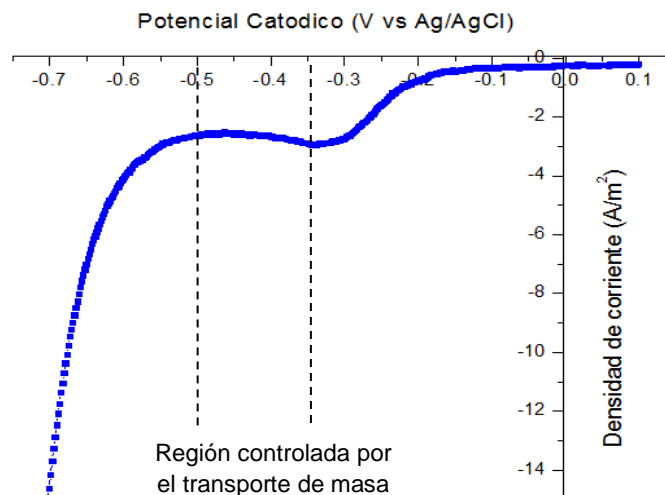
$$A = \frac{0,0047}{(2,69 * 10^5) \cdot n^{3/2} \cdot C_{\infty} \cdot D^{1/2}} \quad (9)$$

El área promedio electroactiva de una malla tejida de acero inoxidable AISI 304 de 40 huecos por pulgada con área geométrica de 1 cm² fue 1,24 cm². Por tanto, el área electroactiva para un área geométrica de 70 cm² es 86 cm², resultando así benéfico para el desarrollo del proceso.

3.2. Estudio de microelectrólisis para determinar el potencial de reducción de Cu(II) a Cu(0)

El voltamperograma lineal obtenido sobre una malla utilizada como cátodo de área geométrica 1 cm² empleando la solución del catolito (0,01 M de Cu₂SO₄ y 0,5 M de Na₂SO₄) a una velocidad de barrido de 30 mV/s se presenta en la Figura 6.

Figura 6. Voltamperograma lineal para determinar el intervalo de potencial de reducción de Cu(II) a Cu(0).



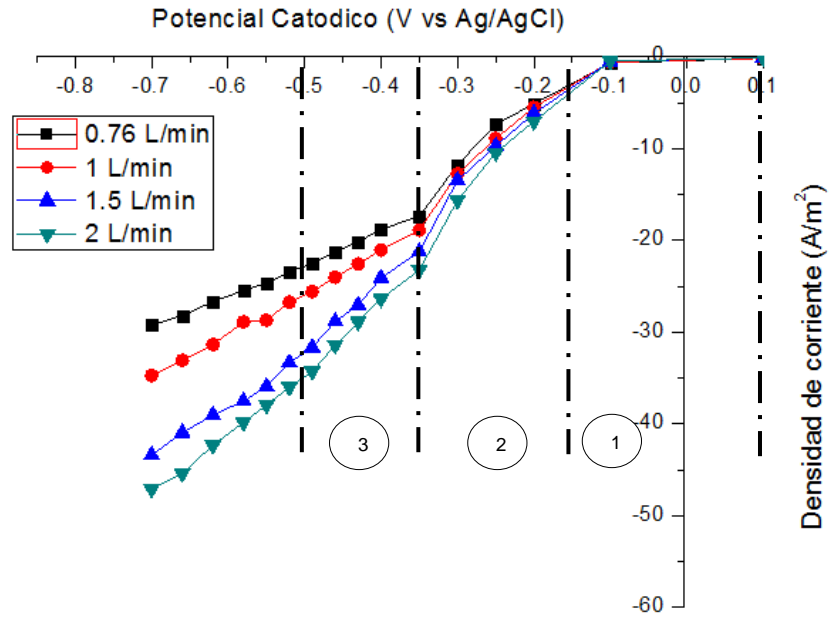
Fuente Autor

En la Figura 6 se observa un solo pico el cual se atribuye a la reducción de Cu(II), se puede observar una meseta en el intervalo de potencial entre $-0,5$ y $-0,35$ V vs Ag/AgCl, región controlada por el transporte de masa, atribuida a la reducción del Cu(II) a Cu(0). A potenciales más negativos que $-0,5$ V vs Ag/AgCl la reacción de evolución de H₂ toma importancia. Los resultados muestran que la reducción de Cu(II) ocurre en un solo paso ya que el Cu(I) dismuta como se puede corroborar en la gráfica al presentarse un único pico de reducción. Finalmente se escogió una ventana de potenciales más amplia con el fin de observar las zonas donde se presenta control por transferencia de carga y control por transferencia de masa durante el proceso electroquímico entre $-0,75$ y $0,1$ V vs. Ag/AgCl con el que se llevaron a cabo los estudios de macroelectrólisis.

3.3. Estudios de macroelectrólisis para determinar los coeficientes de transferencia de masa (K_m) en el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01.

Las curvas de Densidad de corriente (J) vs. Potencial catódico (E) a un tiempo de muestreo de 2,5 s se muestran en la Figura 7. En el Anexo F se presentan los resultados cronoamperométricos que permitieron trazar estas curvas.

Figura 7. Curvas de densidad de corriente vs. potencial catódico a diferentes velocidades promedio de flujo



Fuente: Autor

En la Fig. 7 se puede observar que en la región 1, ubicada en el intervalo $-0.15 V \leq E \leq 0 V vs Ag/AgCl$, la reacción está controlada por transferencia de carga y las corrientes registradas permanecieron invariantes ante cualquier cambio en la hidrodinámica. En la región 2, ubicada en el intervalo $-0.35 V \leq E \leq -0.15 V vs Ag/AgCl$, las pendientes cambian conforme aumenta la velocidad del fluido y se presenta un control mixto indicando que la velocidad de reacción está controlada tanto por la transferencia de carga como por el transporte de reactivo. En la región 3, ubicada en el intervalo entre $-0.5 V \leq E \leq -0.35 vs Ag/AgCl$ se evidencia un ligero cambio de pendiente que es atribuido a un proceso controlado por transferencia de masa (zona de corriente límite de difusión-convección). En esta región el transporte de masa depende de las condiciones hidrodinámicas de la solución. Allí el valor de corriente límite aumenta proporcionalmente con la razón de flujo, debido a la disminución de la resistencia al transporte de masa

(capas de difusión de menor grosor) ocasionado al incrementar las velocidades promedio de flujo. A potenciales mayores que $-0,5 V$ vs $Ag/AgCl$ la evolución de hidrógeno toma importancia [15].

Los coeficientes de transferencia de masa (K_m) a diferentes razones de flujo se estimaron a partir de los valores de corriente límite (i_{lim}) leídos en las curvas J vs. E (región controlada por transferencia de masa) a un potencial de trabajo de $-0,4 V$ vs $Ag/AgCl$ mediante la ecuación 1:

$$K_m = \frac{i_{lim}}{n F A C_\infty} \quad (1)$$

Teniendo en cuenta que el valor de la constante de Faraday es $96,485 A \cdot s/mol$, el número de electrones intercambiados es $2 e^-$ y la concentración en el seno de la solución utilizada fue de $10 mol/m^3$ se estimaron los valores de los coeficientes de transferencia de masa a diferentes razones de flujo como se reportan en la Tabla 2.

Tabla 2. Coeficientes de transferencia de masa a diferentes razones de flujo

| Razón de flujo Q [L/min] | Corriente Límite I[A] | Densidad de Corriente J [A/m ²] | Coeficiente de transferencia de masa Km [m/s] |
|-----------------------------|--------------------------|--|--|
| 0,76 | 0,161499023 | 18,6481034 | $0,96 \times 10^{-5}$ |
| 1,0 | 0,180877686 | 20,8857348 | $1,08 \times 10^{-5}$ |
| 1,5 | 0,207124634 | 23,9164393 | $1,24 \times 10^{-5}$ |
| 2,0 | 0,226593018 | 26,1644308 | $1,36 \times 10^{-5}$ |

Fuente: Autor

En la Tabla 2 se puede observar que el orden de magnitud de los coeficientes de transferencia de masa obtenidos en este trabajo son de 10^{-5} m/s y aumentan conforme la razón de flujo incrementa, valores similares se obtuvieron en otros estudios a pesar de emplear diferentes materiales como cátodo [4].

3.4. Caracterización del reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01

Obtenidos los coeficiente de transferencia de masa K_m se procedió a caracterizar el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 mediante el uso de números adimensionales tales como, Sherwood (Sh), Reynolds (Re) y Schmidt (Sc) empleando la siguiente correlación adimensional

$$Sh = aRe^bSc^{0.33}. \quad (6)$$

Los valores de Sh , obtenidos para cada uno de los valores de K_m , y los valores de Re se muestran en la Tabla 4, teniendo en cuenta que d_e es 0,0311 m, D es $4,7 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ [4] y ϑ es $1,172 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ [4]. Cabe resaltar que el número de Sc adquirió un valor constante de 2493.

Tabla 3. Número de Reynolds y Sherwood para el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01

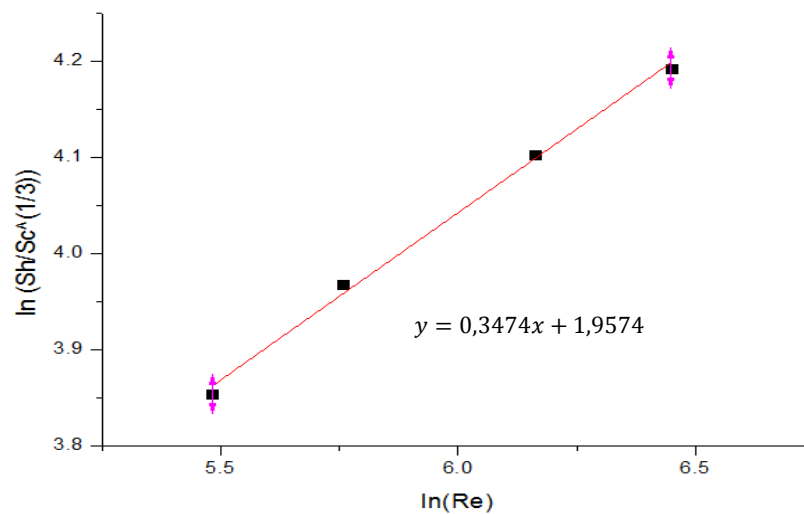
| Q [L/min] | $Re = \frac{V d_e}{\vartheta}$ | $Sh = \frac{K_m d_e}{D}$ |
|-----------|--------------------------------|--------------------------|
| 0,76 | 240 | 640 |
| 1,0 | 316 | 716 |
| 1,5 | 474 | 820 |
| 2,0 | 632 | 898 |

Fuente: Autor

Los valores obtenidos de Reynolds y Schmidt permitieron realizar la linealización de la Ec. 6 como se muestra en la Figura 8, con el fin de obtener los parámetros característicos a y b y así compararlos con otros reactores del mismo tipo.

$$\ln\left(\frac{Sh}{Sc^{0,33}}\right) = b \ln(Re) + Lna \quad (10)$$

Figura 8 Correlación de los números Sh y Sc en función del número de Re para el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01.



Fuente: Autor

En la Figura 8 se puede evidenciar una tendencia lineal de los datos obtenidos experimentalmente con un $R^2 = 0,99517$, indicando que el régimen de flujo es único. Finalmente, la correlación obtenida para el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 estudiado en este trabajo es:

$$Sh = 7,081 * Re^{0,3475} Sc^{0,33} \quad (11)$$

Los valores obtenidos de los parámetros característicos a y b del reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 y otros reactores electroquímicos del mismo tipo, reportados en la literatura se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4 Parámetros característicos del transporte de masa en reactores electroquímicos tipo filtro prensa.

| Referencia | Solución modelo | Electrodos | Condiciones | Parámetros Característicos | |
|---|---|-------------------------------------|--|----------------------------|------|
| | | | | a | b |
| Presente trabajo | Cu^{2+} | Mallas tejidas de acero inoxidable | $240 < \text{Re} < 650$ $\text{Sc}=2493$ | 7,081 | 0,34 |
| Hernández y Sánchez-Velásquez, 2013 [7] | $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ $/\text{Fe}(\text{CN})_6^{2-}$ | Mallas soldadas de acero inoxidable | $270 < \text{Re} < 750$ $\text{Sc}=1123$ | 7,92 | 0,31 |
| Carreño Aguilera, 1996 [4] | Cu^{2+} | Placas de carbón vítreo reticulado | $917 < \text{Re} < 1835$ $\text{Sc}=2493$ | 8,50 | 0,40 |
| Frías-Ferrer et al., 2008 [6] | Cu^{2+} | Placas de cobre | $170 < \text{Re} < 1664$ $\text{Sc}=1559$ | 1,29 | 0,44 |

Fuente: Autor

En la Tabla 4 se puede observar que el valor del parámetro “ a ” (7,081) obtenido en este trabajo y que está asociado a la geometría del reactor difiere del reportado

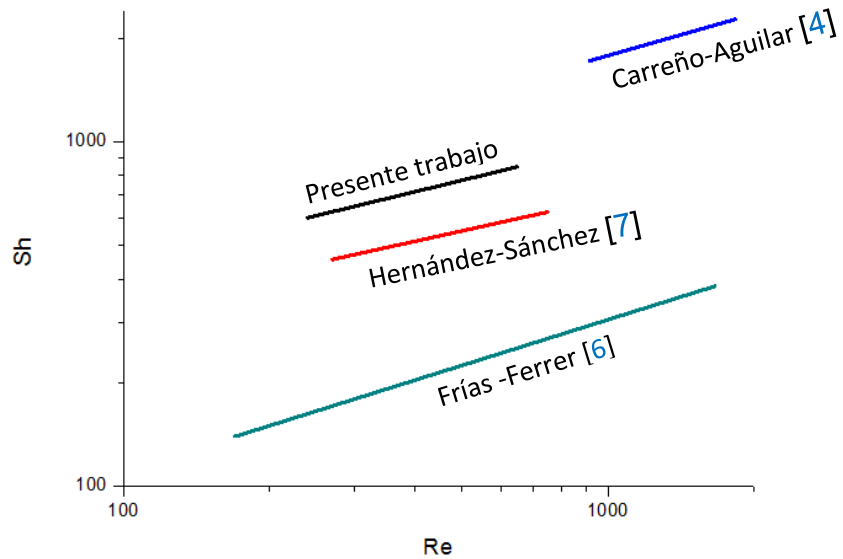
para reactores caracterizados con el sistema modelo de reducción de Cu(II) en medio ácido. Para el caso del reactor empleado por Frías-Ferrer [6] esta diferencia puede atribuirse a que el tamaño de reactor UA63 utilizado es menor y de geometría no optimizada. En cuanto al valor reportado por Carreño-Aguilera [4], es 16,7 % mayor y no presenta gran diferencia con el obtenido en este trabajo ya que se utilizó un reactor sencillo con un único distribuidor de flujo prevenir la formación de flujos preferenciales.

Respecto al valor reportado por Hernández y Sanchez-Velazques [7], este se aproxima al obtenido, siendo 10.6% mayor. Al tratarse del mismo reactor (filtro-prensa UIS-GIMBA 01), las pequeñas diferencias pueden atribuirse al sistema electroquímico utilizado y a las diferentes propiedades químicas de estos como la difusividad y la viscosidad cinemática.

El valor del parámetro “*b*” (0,34) obtenido en éste trabajo, asociado al régimen hidrodinámico (régimen laminar), es comparable y del mismo orden de magnitud para los diferentes sistemas electroquímicos, en reactores tipo filtro prensa. El valor obtenido por Hernández y Sánchez-Velásquez [7] es 8,8% menor al obtenido en este trabajo, esto puede ser ocasionado por el sistema electroquímico usado (reducción de ferricianuro a ferrocianuro de potasio). En cuanto a las diferencias en los valores reportados para “*b*” en Frías-Ferrer [6] y Carreño-Aguilera [4] son atribuibles a que las velocidades promedio de flujo utilizadas son mayores a las del presente trabajo, siendo diez veces mayores en Carreño Aguilar [4]

La correlación del número de Sherwood en función del número de Reynolds se muestra en la Figura 9, con el fin de comparar los resultados obtenidos en este trabajo y los reportados en la tabla 4.

Figura 9. Correlación del $\log Sh$ en función del número de Re para diferentes reactores electroquímicos filtro prensa



Fuente: Autor.

En la Figura 9 se puede observar un comportamiento lineal con pendientes de similar valor para las correlaciones de los diferentes reactores indicando que se tiene un único régimen hidrodinámico y que los procesos se encuentran limitados por transferencia de masa.

4. CONCLUSIONES

La reducción de Cu(II) en solución de sulfatos a pH ácido está controlada por el transporte de masa en un intervalo de potencial entre $-0,5 V \leq E \leq -0,35 V$ vs $\frac{Ag}{AgCl}$.

Se obtuvieron valores de coeficientes de transferencia de masa K_m del mismo orden de magnitud (10^{-5}) que los reportados en la literatura para otros reactores electroquímicos tipo filtro prensa caracterizados con el sistema modelo de reducción de Cu(II). Las pequeñas diferencias pueden atribuirse a variaciones en el régimen hidrodinámico y el tipo de electrodos utilizados.

Los pequeños valores de " b " respecto a los de " a ", reflejan una baja influencia del flujo del fluido (régimen laminar) en el transporte de masa y una mayor importancia a la configuración geométrica de los distribuidores a la entrada y salida.

La correlación adimensional obtenida para el reactor electroquímico filtro prensa UIS-GIMBA 01 vía corriente límite fue $Sh = 7,08Re^{0,34}Sc^{1/3}$.

BIBLIOGRAFIA

1. ALONSO, N. Electroquímica Y Electrocatalisis: Materiales, Aspectos Fundamentales Y Aplicaciones. Buenos Aires: El Cid Editor, 2003. p 182-255.
2. ARDILA ALVARADO, L. F. FUENTES TORRES, S. N. (Dir. CÓRDOBA TUTA, E. M., Codir. MELENDEZ REYES, A. M.). Estudio electroquímico de la degradación de cianuro con luz visible utilizando películas de óxido de titanio dopado con nitrógeno, N-TiO₂. Bucaramanga, 2012. Trabajo de grado (Ingeniería Metalúrgica). Universidad Industrial de Santander.
3. BARD, A. J. Faulkner, L. R.; "Electrochemical Methods. Fundamentals and Applications" New York: John Wiley & Sons, 1980.
4. CARREÑO AGUILERA, G. (Dir. PONCE DE LEÓN ALBARRÁN, C. y OROPEZA GUZMAN, M. T.). Caracterización de una celda electroquímica de flujo cruzado con cátodo de carbón vítreo reticulado en la eliminación y recuperación de metales pesados. México, 1996. Trabajo de grado (Maestría en Química). Universidad Autónoma Metropolitana.
5. CASTELLANOS, E. REY, M. Obtención de fotoánodos de N-TiO₂ con actividad fotocatalítica con luz visible para su uso en la reducción fotoelectrocatalítica de mercurio. Bucaramanga 2012. Trabajo de pregrado (Ingeniería Metalúrgica) Universidad Industrial de Santander.
6. FRÍAS-FERRER, A.; GONZÁLEZ-GARCÍA, J.; SAÉZ, V. The effects of manifold flow on mass transport in electrochemical filter-press reactors. American Institute of Chemical Engineers Journal 1, (2008), p. 1-14

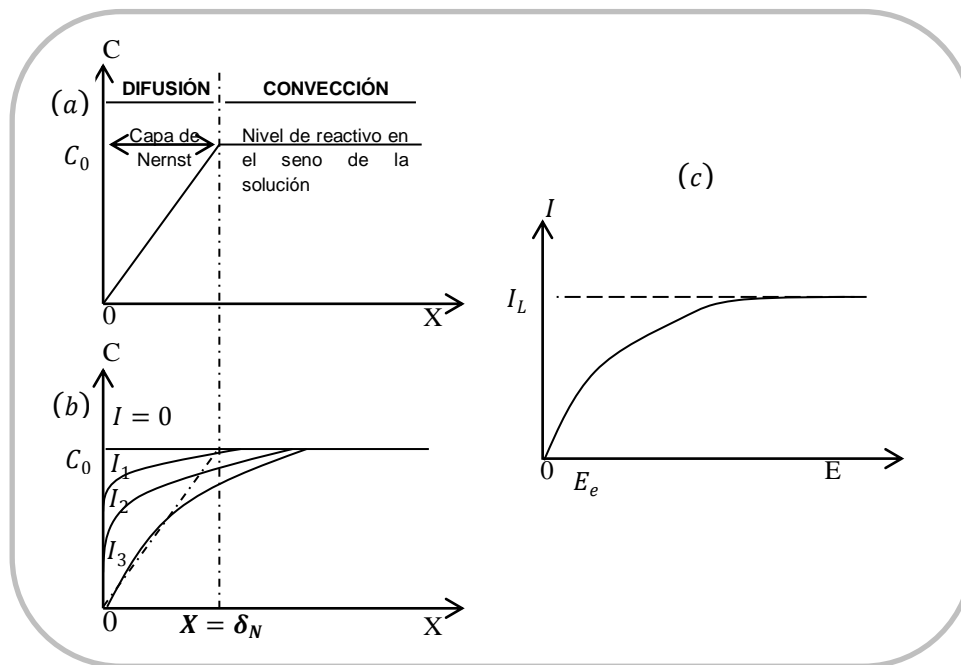
7. HERNÁNDEZ, R. M.; SÁNCHEZ-VELÁSQUEZ, C. A. Caracterización del transporte de masa de un reactor electroquímico de placas paralelas a través de mediciones de corriente límite en un sistema ferricianuro/ferrocianuro. Bucaramanga, 2013. Trabajo de grado (Ingeniería Química), Universidad Industrial de Santander.
8. ISMAIL, M. *Electrochemical Reactors, Their Science and Technology, Part A: Fundamentals, Electrolysers, Batteries and Fuel Cells*; Elsevier Science Publishers B.V., Amsterdam, Holanda. 1989.
9. OLVERA OLMEDO, O. G. (Dir. Dra. LAPIDUS LAVINE, Gretchen T.). Modelado de un reactor electroquímico de flujo cruzado con electrodo poroso para la recuperación catódica de metales. México D.F: 2011. Trabajo de grado (Doctorado Ingeniería Química) Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa
10. OROPEZA GUZMAN, M. T. Principios y aplicaciones de los procesos electroquímicos. México: Universidad Autónoma Metropolitana, 2000. p. 29-60.
11. OROPEZA, M. PONCE DE LEÓN, C. GONZÁLEZ, I. *Ingeniería Electroquímica: Principios y aplicaciones*. México D.F. 1995. Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa.
12. REYES CRUZ, V. E. (Dir. OROPEZA GUZMÁN, Mercedes T). Estudio preliminar para establecer las condiciones de operación de un reactor tridimensional, para recuperar oro y plata de disoluciones provenientes de la lixiviación de minerales con cianuro. México D.F., 1998. Trabajo de grado (Maestría en Química): Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa.

13. REYES CRUZ, V.E. (GONZALEZ, MARTINEZ, Ignacio) Recuperación selectiva de "doré" (Au-Ag) de disoluciones provenientes de la lixiviación de minerales, utilizando un reactor electroquímico FM01-LC. México D.F 2002. Trabajo de grado (Doctorado en Ciencias). Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa.
14. RIVERA ITURBE, F.F. (Dir. GONZALEZ MARTINEZ, Ignacio.) Modelamiento y caracterización de un reactor electroquímico de flujo FM01-LC con electrodos tridimensionales estructurados. México D.F. Trabajo de grado (Doctorado en Química). Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa.
15. RIVERA, F. F.; NAVA, J. L.; OROPEZA, M. T.; RECÉNDIZ, A.; CARREÑO, G. Mass transport studies at rotating cylinder electrode: Influence of the inter-electrode gap. *Electrochimica Acta* 55, (2010), p. 3275-3278.
16. RODRÍGUEZ TORRES, I. (Dir. OROPEZA GUZMÁN, Mercedes T). Caracterización del transporte de masa para un reactor de flujo canal con electrodos bidimensionales. México D.F. 1996. Trabajo de grado (Maestría en Química). Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa
17. SOBRAL, L. SANTOS, R. BARBOSA, L. Electrolytic treatment of mercury loaded activated carbon from a gas cleaning system. *Center for Mineral Technology, Brasil* (2000), p. 261-195-201.
18. WALSH, F. Un primer curso de Ingeniería Electroquímica. España: Club Universitario, 2000. p. 13, 22-23, 99-113, 123-157.

ANEXO A CAPA LÍMITE DIFUSIÓN- CONVECCIÓN

La combinación del transporte de masa por convección y difusión puede originar perfiles de concentración complejos y difíciles de modelar. Con el fin de describir de manera cuantitativa cada una de las propiedades en la interfase electrodo-electrolito, se han establecido diferentes modelos físicos dentro de los que se encuentra el modelo de la capa de difusión de Nernst el cual, constituye una buena aproximación. Este modelo asume que la capa del electrolito cerca del electrodo puede dividirse en dos zonas: una capa de espesor δ_N cerca al electrodo, donde la difusión es la única forma del transporte de masa; y otra capa externa, donde la convección es la principal forma del transporte de masa, como se muestra en la Figura A.1.a.

A.1. Representación del modelo de la capa límite de difusión-convección para procesos electroquímicos controlados por transferencia de masa: a) Perfil de la capa de difusión de Nernst, b) perfil de concentración a diferentes valores de corriente y c) curva corriente-potencial.



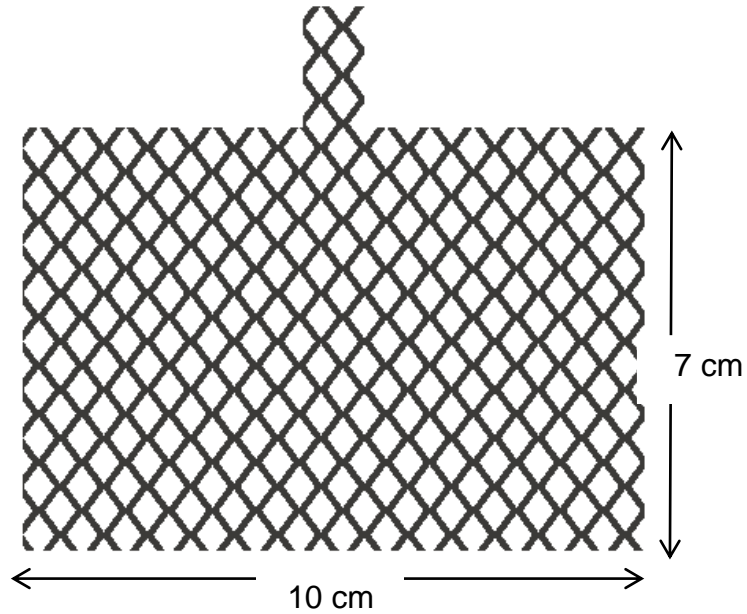
Fuente: WALSH, F. 2000 [18]

Si la reacción es controlada únicamente por el transporte de masa y se impone una serie de valores de corriente que aumentan desde $I = 0$ hasta I_L (corriente límite), la concentración de O en la superficie del electrodo disminuirá desde un valor igual a la del resto de la solución hasta cero, como se muestra en la Figura A.1.b. ya que ésta especie es transformada en R tan pronto alcanza la superficie del electrodo. Idealmente el valor de la corriente límite (I_L), es independiente del potencial aplicado (E), como se muestra en la Figura A.1.c.

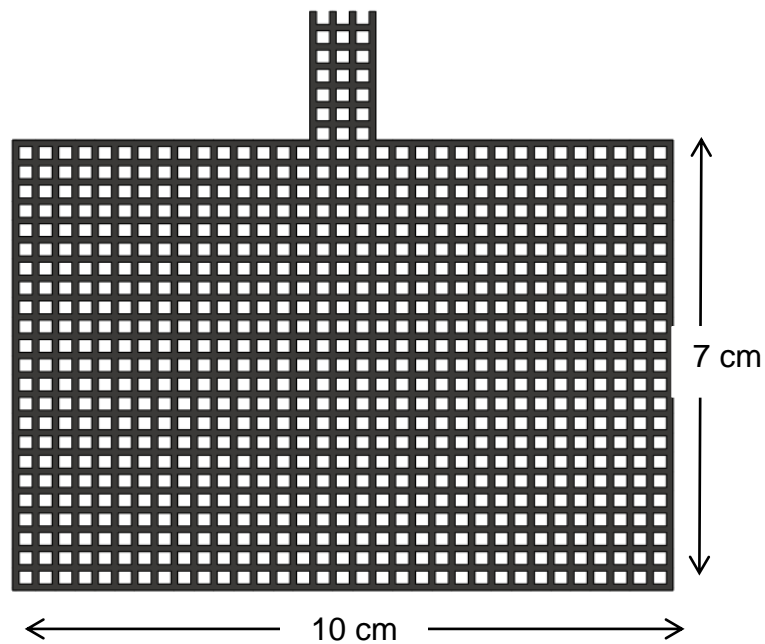
ANEXO B. ELECTRODOS EMPLEADOS EN EL REACTOR FILTRO PRENSA

UIS-GIMBA 01

B.1. Película semiconductora de $\text{TiO}_2\text{-N}$ soportada en una malla soldada IMT-10 calibre 20 en acero inoxidable AISI 304

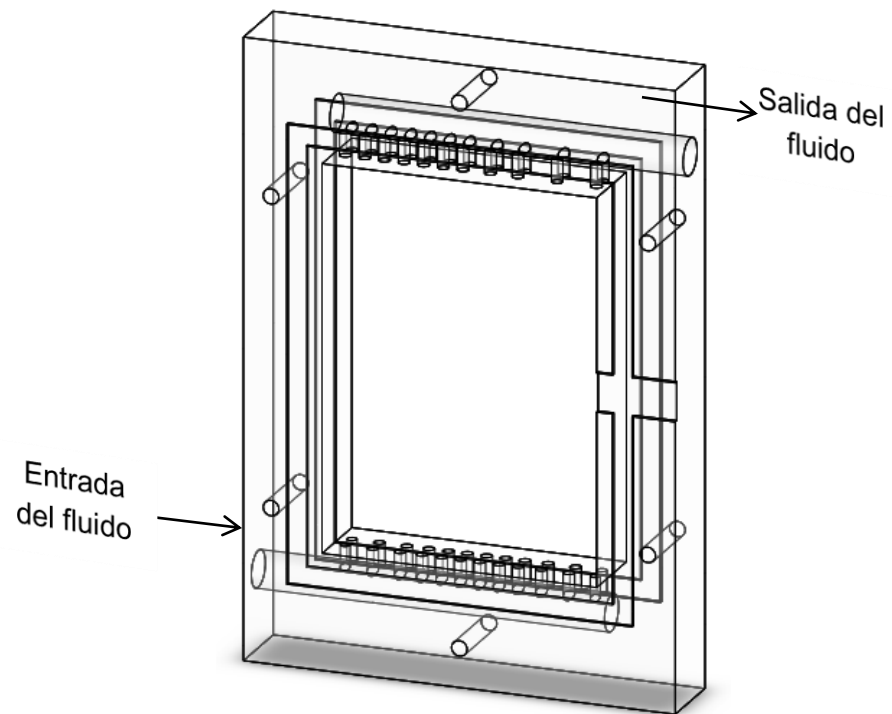


B.2. Malla tejida de acero inoxidable AISI 304 de 40 huecos por pulgada.



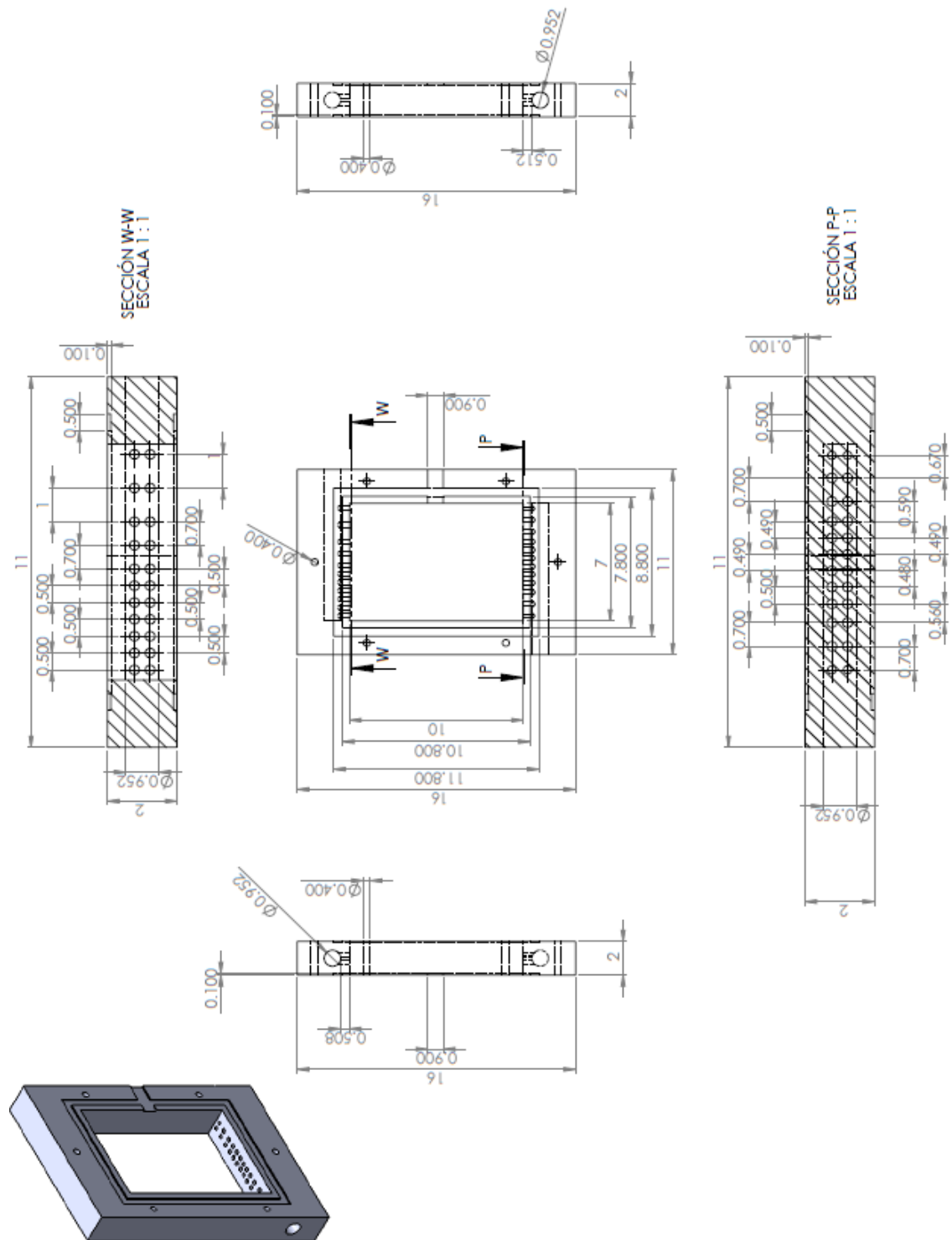
**ANEXO C. DISTRIBUIDOR DE FLUJO DEL REACTOR FILTRO PRENSA
UIS-GIMBA 01**

C.1. Vista detallada del distribuidor (entrada y salida del fluido).



Fuente: Autores

C.2. Planos y dimensiones del distribuidor de flujo empleado en este estudio.



ANEXO D. SISTEMA HIDRÁULICO DEL REACTOR ELECTROQUÍMICO UIS-GIMBA-01

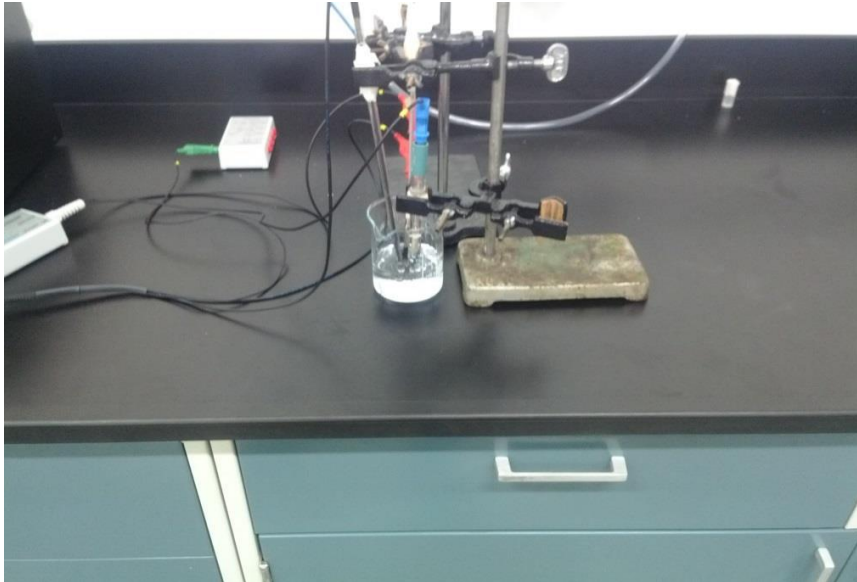
D.2. (a) Contenedor de solución electrolítica, (b) Válvulas de bola, (c) Bomba centrífuga, (d) Reactor Electroquímico de placas paralelas, (e) Flujiómetros



Fuente: Autores

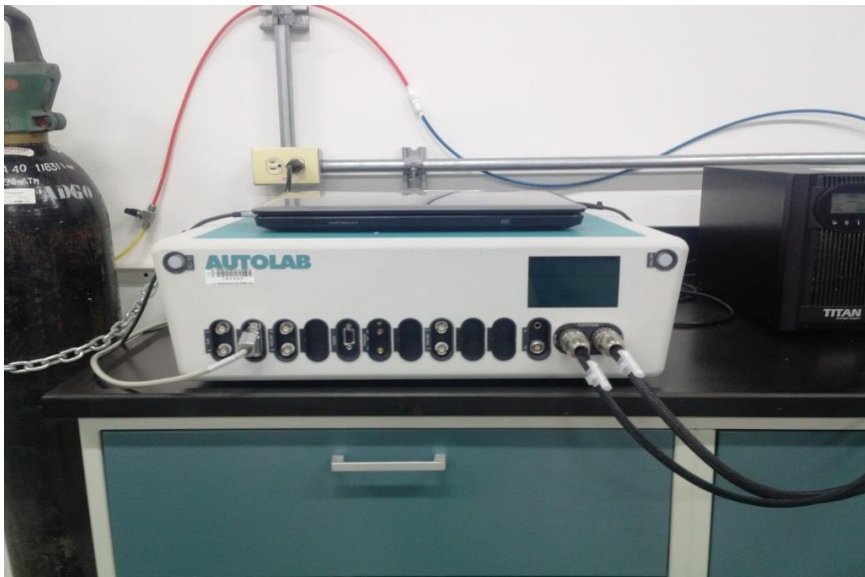
ANEXO E. MONTAJE PARA LAS PRUEBAS DE MICROELECTRÓLISIS

E.1. Montaje de la celda



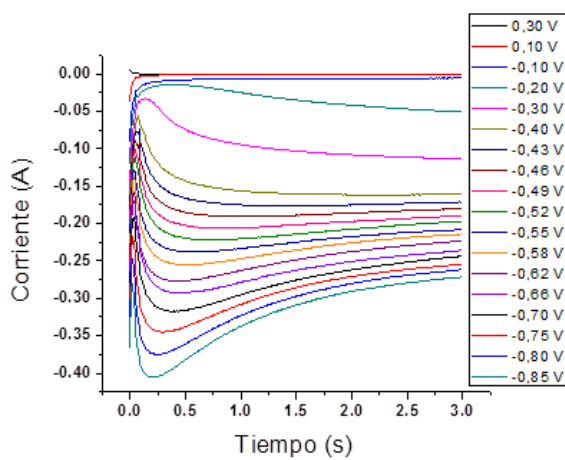
Fuente: Autores

E.2. Equipo utilizado / Potenciostato Autolab 302N

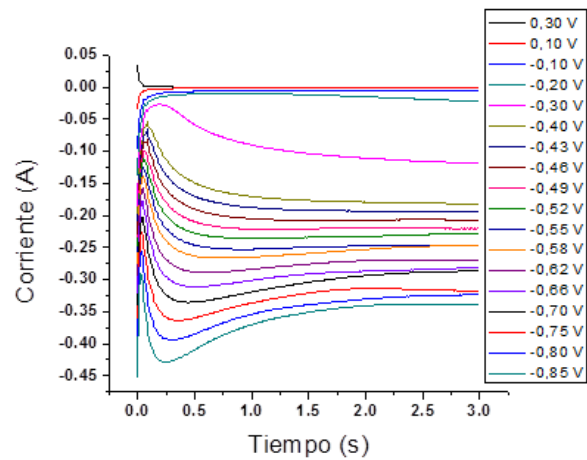


Fuente: Autores

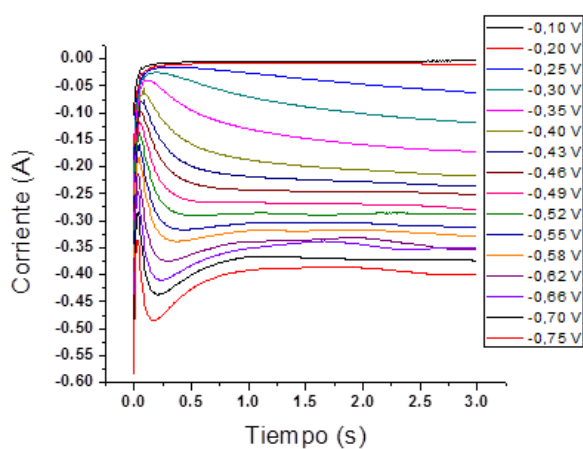
ANEXO F. CURVAS CRONOAMPEROMÉTRICAS PARA LA SOLUCIÓN MODELO Cu(II)/Cu(0) A DIFERENTES CAUDALES



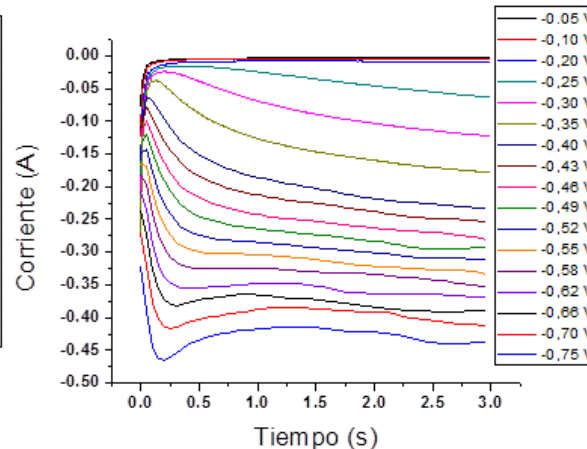
$Q = 0,76$ L/min



$Q = 1,00$ L/min



$Q = 1,50$ L/min



$Q = 2,00$ L/min

Fuente: Autores