

UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN
Facultad de Ingeniería
Departamento de Ingeniería
Metalúrgica

Profesores Patrocinantes:
Dra. María Cristina Ruiz
Dr. Rafael Padilla

“Efecto de la presencia de ion cloruro y/o agua de mar en la extracción por solventes de cobre utilizando el extractante LIX 984N”.

José Manuel Risso Figueroa

Informe de Memoria de Título
para optar al Título de
Ingeniero Civil Metalúrgico

(Abril) 2018

Resumen

Este trabajo se realizó en el marco del proyecto FONDECYT #1150343, donde se estudió el efecto de la presencia de cloruro de sodio y agua de mar en la solución acuosa en la extracción por solventes de cobre mediante el uso del extractante LIX 984N. Para cumplir este objetivo, se realizaron pruebas utilizando soluciones acuosas con distintas concentraciones de cloruro, preparadas con agua destilada y/o agua de mar para determinar la carga máxima del extractante, equilibrio de extracción, re-extracción, y velocidad de separación de fases.

La fase orgánica estaba compuesta por el extractante LIX 984N al 26%v/v diluido en ESCAID 110, mientras que las soluciones acuosas para las pruebas de extracción contenían 6g/L de Cu^{2+} , 5g/L de Fe^{2+} y 2g/L de Fe^{3+} , con concentraciones de Cl^{-} de 0 g/L, 60 g/L ó 110 g/L, y pH 2 ajustado con ácido sulfúrico al 20%v/v. En las soluciones preparadas con agua destilada todo el cloruro se agregó como cloruro de sodio, mientras que en las soluciones preparadas con agua de mar se consideró el cloruro base del agua de mar 18,8 g/L, y se añadió, 0 g/L, 41,2 g/L o 91,2 g/L como cloruro de sodio. Las pruebas de re-extracción fueron hechas con un electrolito spent de concentración 35g/L de Cu^{2+} y ácido sulfúrico en concentraciones de 180g/L, 190 g/L, 200 g/L.

Se encontró que la presencia de ion cloruro disminuyó levemente la carga máxima del LIX 984N en las condiciones estudiadas. Las pruebas de extracción mostraron que la presencia de cloruro en la solución acuosa perjudica la extracción de cobre, el efecto es similar independientemente de si todo el cloruro proviene de cloruro de sodio o en parte de agua de mar. Además, se encontró que al aumentar la temperatura de 25°C a 35°C mejora levemente la extracción de cobre. Para el caso de la re-extracción, el equilibrio se ve perjudicado al aumentar la temperatura, descargando menos a 35°C de lo que se obtiene a 25°C. Por otra parte, se obtuvo un aumento de la re-extracción de cobre al aumentar la concentración de ácido sulfúrico en el electrolito spent. El tiempo de separación de fases se ve levemente perjudicado con la presencia de cloruro en la solución acuosa, además, se ve favorecido por un aumento de la temperatura.

Abstract

In this work, we studied the effect of the presence of sodium chloride and sea water in the aqueous solution on copper solvent extraction, using the extractant LIX 984N. To achieve this objective, tests were performed using aqueous solutions with different chloride concentrations, prepared with distilled water and/or sea water, in order to determine the maximum charge of the extractant, extraction and re-extraction isotherms, and phase separation time.

The organic phase was a 26%v/v solution of the extractant LIX 984N in Escaid 110. The aqueous solutions for the solvent extraction tests contained 6 g/l of Cu^{2+} , 5 g/l of Fe^{2+} and 2 g/l of Fe^{3+} with 0, 60 and 110 g/L of Cl^{-} and pH 2 adjusted with sulfuric acid. In the case of the solutions prepared with distilled water all the chloride was added as sodium chloride, while for the aqueous solutions prepared with sea water a base chloride value of 18,8 g/L, was considered and 0, 41,2 or 91,2 g/L was added as sodium chloride. The re-extraction tests were carried out using a stripping electrolyte solution that contained 35 g/L of Cu^{2+} and 180, 190 or 200 g/L of sulfuric acid.

It was determined that the presence of chloride ions produced a slight decrease of the maximum loading of the extractant. The extraction tests showed that the presence of chloride ions affected negatively the copper extraction equilibria and the effect is similar regardless of whether all the chloride comes from sodium chloride or in part from seawater. Also, a temperature increase from 25 to 35 °C produced only a slight increment in the copper extraction. On one hand, a rise of temperature from 25 to 35°C affected negatively the stripping equilibria, while an increase in the sulfuric acid concentration of the stripping electrolyte solution improved the copper recovery from the loaded organic solution. The phase separation time increased in the presence of chloride ions in the aqueous solution while an increment of the temperature from 25 to 35°C decreased the phase separation time.

Índice

Resumen	i
Abstract	ii
Índice de figuras	v
Índice de Tablas	viii
1. Introducción	1
2. Antecedentes	4
2.1 Introducción a la extracción por solventes.	4
2.2 Extractantes quelantes.	5
2.2.1 Hidroxioximas.....	5
2.3 Caracterización del equilibrio de extracción	7
2.3.1 Isotermas.	7
2.3.2 Porcentaje de extracción en el equilibrio	8
2.3.3 Selectividad en la extracción de cobre en función de la acidez.....	9
2.4 Separación de fases de una dispersión.	10
2.4.1 Continuidad de fases en el mezclador y su importancia.	10
2.4.2 Efecto de las propiedades físicas de las fases.	11
2.4.3 Sedimentación y coalescencia.....	11
2.5 Revisión bibliográfica	12
2.5.1 Investigaciones de Extracción por solventes con el uso de Hidroxioximas	12
2.5.2 Investigaciones usando LIX 984N.	16
3. Desarrollo experimental	18
3.1 Reactivos.	18
3.2 Equipos y material de laboratorio.	18
3.3 Especificación de las soluciones utilizadas	19
3.4 Procedimiento experimental.	19
3.4.1 Carga máxima del extractante.....	19
3.4.2 Pruebas de equilibrio de extracción y re-extracción.....	20
3.4.3 Separación de fases en la etapa de extracción.	23
3.4.4 Lavado del orgánico	24
3.4.5 Análisis del orgánico.....	25

4. Resultados y discusiones	26
4.1 Carga máxima del extractante	26
4.2 Equilibrio de extracción en medio cloruro con agua destilada	26
4.2.1 Efecto de la temperatura en el equilibrio de extracción.....	27
4.2.2 Efecto de la concentración de cloruro en el equilibrio de extracción.....	29
4.3 Equilibrio de extracción con agua de mar	31
4.3.1 Efecto de la temperatura en el equilibrio de extracción.....	31
4.3.2 Efecto del ion cloruro en el equilibrio con agua de mar.....	33
4.3.3 Comparación entre isotermas obtenidas para soluciones preparadas con agua destilada y con agua de mar.....	35
4.4 Equilibrio de re-extracción	39
4.4.1. Efecto de la temperatura.....	39
4.4.2 Efecto de la concentración de ácido sulfúrico.....	41
4.5 Separación de fases en extracción	43
4.5.2 Efecto de la temperatura en la separación de fases.....	46
4.5.3 Efecto de la concentración de cloruro en la separación de fases.....	48
4.6 Acidez después del contacto	50
5. Conclusiones	52
6. Bibliografía	54
7. ANEXOS	56
7.1 Masa de los reactivos	56
7.2 Resumen de resultados	56
7.2.1 Descarga del orgánico.....	56
7.2.2 Determinación de la concentración de Hierro.....	57
7.2.3 Pruebas carga máxima del extractante.....	57
7.2.4 Isotermas de extracción.....	58
7.2.5 Isotermas de re-extracción.....	64
7.2.6 Separación de fases.....	66
7.2.7 Pruebas de lavado de orgánico.....	72

Índice de figuras

Figura 1. Proceso de recuperación del cobre mediante lixiviación-extracción por solventes-electrólisis.....	4
Figura 2. Formula estructural general para hidroxioximas aromáticas Ruiz, 2013.	6
Figura 3. Tipos de isotermas de extracción Ruiz, 2013.....	8
Figura 4. Isotermas de pH en el equilibrio para el LIX 84. Ruiz, 2013.....	9
Figura 5. Representación de ambas continuidades. Castillo. 2012.....	10
Figura 6. Efecto del pH inicial en la extracción de cobre con Fase Orgánica: 30 y 40 vol.% LIX 84/LIX 973N diluidos en kerosene.	14
Figura 7. Equipamiento de las pruebas de extracción (1) baño termostático, (2) reactor, (3) impulsor de vidrio de 4 aspas, (4) agitador mecánico	20
Figura 8. Impulsores, (1) pruebas de separación de fases, (2) Pruebas de extracción y re-extracción.....	21
Figura 9. Equipo separación de fases, (1) sistema de agitación, (2): reactor, (3): cámara digital, (4): foco halógeno, (5): computador. Castillo. 2012	24
Figura 10. Isotermas de extracción, para soluciones preparadas con agua destilada y 0 g/L de ion cloruro a 25°C y 35°C.	27
Figura 11. Isotermas de extracción, para soluciones preparadas con agua destilada y 60 g/L de ion cloruro a 25°C y 35°C.	28
Figura 12. Isotermas de extracción, para soluciones preparadas con agua destilada y 110 g/L de ion cloruro a 25°C y 35°C.	28
Figura 13. Isotermas de extracción a 25°C, para soluciones preparadas con agua destilada y concentraciones de ion cloruro de 0, 60, 110 g/L.	29
Figura 14. Isotermas de extracción a 35°C, para soluciones preparadas con agua destilada y concentraciones de ion cloruro de 0, 60, 110 g/L.	30
Figura 15. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua de mar sin ion cloruro añadido a 25°C y 35°C.	31
Figura 16. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua de mar y con 41,2 g/L de ion cloruro añadido a 25°C y 35°C.	32

Figura 17. Isotermas de extracción para soluciones preparadas utilizando agua de mar y 91,2 g/L de ion cloruro añadido a 25 y 35°C.	32
Figura 18. Isotermas de extracción, para soluciones preparadas con agua de mar a 25 °C, con concentraciones de cloruro añadido 0 g/L y 41,2 g/L.	33
Figura 19. Isotermas de extracción, para soluciones preparadas con agua de mar a 35 °C, con concentraciones de cloruro añadido 0 g/L, 41,2 g/L y 110 g/L.	34
Figura 20. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua destilada sin cloruro y con agua de mar sin cloruro añadido a 25°C.	35
Figura 21. Isotermas de extracción, para soluciones preparadas con agua destilada y agua de mar 60 g/L de ion cloruro a 25°C.	36
Figura 22. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua destilada y agua de mar 110 g/l de ion cloruro a 25°C.	36
Figura 23. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua destilada sin cloruro y con agua de mar sin cloruro añadido a 35°C	37
Figura 24. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua destilada y agua de mar 60 g/l de ion cloruro a 35°C.	37
Figura 25. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua destilada y agua de mar 110 g/L de ion cloruro a 35°C.	38
Figura 26. Isotermas de re-extracción, con 180 g/L H ₂ SO ₄ en el electrolito spent, a 25°C y 35°C.	39
Figura 27. Isotermas de re-extracción 190 g/L H ₂ SO ₄ en el electrolito spent a 25°C y 35°C.	40
Figura 28. Isotermas de re-extracción, 200 g/L H ₂ SO ₄ en el electrolito spent a 25°C y 35°C.	40
Figura 29. Isotermas de re-extracción a 180 g/L, 190 g/L, 200 g/L de ácido sulfúrico en el electrolito spent a 25°C.	41
Figura 30. Isotermas de re-extracción a 180 g/L, 190 g/L, 200 g/L de ácido sulfúrico en el electrolito spent a 35°C.	42
Figura 31. Separación de fases para la solución preparada con agua destilada y 0 g/L de ion cloruro a 25 y 35°C.	46
Figura 32. Separación de fases para la solución preparada con agua destilada y 60 g/L de ion cloruro a 25 y 35°C.	47
Figura 33. Separación de fases para la solución preparada con agua de mar y 60 g/L ion cloruro a 25 y 35°C.	47

Figura 34. Separación de fases a 25°C, para soluciones preparadas con distintas concentraciones de cloruro y con agua de mar.....	48
Figura 35. Separación de fases a 35°C para soluciones preparadas con distintas concentraciones de cloruro y con agua de mar.....	49
Figura 36. Tiempo de separación de fases, 0 g/L de ion cloruro 25°C.	66
Figura 37. Tiempo de separación de fases, 0 g/L de ion cloruro, 35°C.	67
Figura 38. Tiempo de separación de fases, 60 g/L de ion cloruro, 25°C	68
Figura 39. Tiempo de separación de fases, 60 g/L de ion cloruro, 35°C	69
Figura 40. Tiempo de separación de fases, 60 g/L de ion cloruro con agua de mar, 25°C... ..	70
Figura 41. Tiempo de separación de fases, 60 g/L de ion cloruro con agua de mar, 35°C... ..	71



Índice de Tablas

Tabla 1. Especificaciones de las estructuras generales para hidroxioxima aromáticas. <i>Ruiz, 2013.</i>	6
Tabla 2. Parámetros del estudio <i>Kordosky et al. 2006</i>	12
Tabla 3. Comparación de las Propiedades de los Extractantes y su mezcla. <i>Navarro et al., 2013</i>	13
Tabla 4. parámetros de operación <i>Castillo et al. 2012</i>	17
Tabla 5. Volúmenes utilizados para las pruebas de extracción.	22
Tabla 6. Volúmenes utilizados en las pruebas de re-extracción.	23
Tabla 7. Carga máxima del LIX 984N para diferentes concentraciones de ion cloruro.	26
Tabla 8. Densidad y viscosidad de soluciones acuosas estudiadas	43
Tabla 9. Densidad y viscosidad de soluciones orgánicas estudiadas.	44
Tabla 10 Tensión superficial/interfacial de las soluciones estudiadas a 25°C	44
Tabla 11 Tensión superficial/interfacial de las soluciones estudiadas a 35°C	45
Tabla 12. tiempo de separación de fases.....	49
Tabla 13. pH soluciones acuosas después del contacto 25°C	50
Tabla 14. Masas utilizadas en la solución acuosa.	56
Tabla 15. Extracción de Fe, para cada caso de concentración de cloruro a 25°C.	57
Tabla 16. Resultados pruebas carga máxima del extractante a 0,60,110 g/L de ion cloruro en la solución acuosa.	57
Tabla 17. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 25C y 0 g/L de Cloruro en la fase acuosa.....	58
Tabla 18. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 35°C y 0 g/L de Cloruro en la fase acuosa	58
Tabla 19. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 25°C y 60 g/L de Cloruro en la fase acuosa.....	59
Tabla 20. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 35°C y 60 g/L de Cloruro en la fase acuosa.....	59
Tabla 21. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 25°C y 110 g/L de Cloruro en la fase acuosa	60

Tabla 22. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 35°C y 110 g/L de Cloruro en la fase acuosa.....	60
Tabla 23. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 25°C y 0 g/L de Cloruro añadido.	61
Tabla 24. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 25°C y 41,2 g/L de Cloruro añadido.	61
Tabla 25. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 25°C y 91,2 g/L de Cloruro añadido.	62
Tabla 26. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 35°C y 0 g/L de Cloruro añadido.	62
Tabla 27. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 35°C y 41,2 g/L de Cloruro añadido.	63
Tabla 28. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 35°C y 91,2 g/L de Cloruro añadido.	63
Tabla 29. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de re-extracción 25°C y 180 g/L de ácido sulfúrico.	64
Tabla 30. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de re-extracción 35°C y 180 g/L de ácido sulfúrico.	64
Tabla 31. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de re-extracción 25°C y 190 g/L de ácido sulfúrico.	64
Tabla 32. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de re-extracción 35°C y 190 g/L de ácido sulfúrico.	65
Tabla 33. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de re-extracción 25°C y 200 g/L de ácido sulfúrico.	65
Tabla 34. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de re-extracción 35°C y 200 g/L de ácido sulfúrico.	65
Tabla 35. Datos separación de fases a 25°C y 0 g/L de ion cloruro	67
Tabla 36. Datos separación de fases a 35°C y 0 g/L de ion cloruro	68
Tabla 37. Datos separación de fases a 25°C y 60 g/L de ion cloruro.	69
Tabla 38. Datos separación de fases a 35°C y 60 g/L de ion cloruro.	70
Tabla 39. Datos separación de fases a 25°C y 60 g/L de ion cloruro con agua de mar.	71
Tabla 40. Datos separación de fases a 35°C y 60 g/L de ion cloruro con agua de mar.	72
Tabla 41. Ion cloruro en pruebas de lavado de orgánico	72

NOMENLATURA Y ABREVIACIONES

Cu^{2+} : Ion cúprico

Fe^{3+} : Ion férrico

Fe^{2+} : Ion ferroso

Cl^{-} : Ion cloruro

g: Gramos

g/L: Gramos por litro

rpm: Revoluciones por minuto

T: Temperatura($^{\circ}C$)

t: Tiempo (s)

ac: Fase acuosa

org: Fase orgánica

h: altura de la fase acuosa

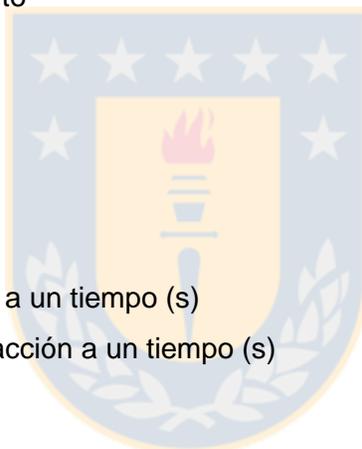
Extr(t): Extracción del metal a un tiempo (s)

Cet(%): Coeficiente de extracción a un tiempo (s)

mL: Mililitro

ppm: Partes por millón

%v/v: porcentaje en volumen.

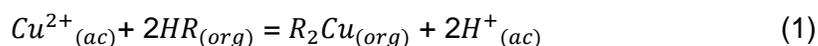


1. Introducción.

En Chile, el uso de agua de mar en la lixiviación de minerales es un tema relevante en los procesos hidrometalúrgicos, debido a la escasez de agua para los procesos mineros. Además, cuando se lixivian sulfuros de cobre es frecuente agregar sales de cloruro para acelerar la cinética de disolución. La presencia de cloruro en las soluciones de lixiviación, puede perjudicar la recuperación del cobre en las etapas posteriores de extracción por solventes y electro-obtención. El cloruro en los PLS puede llegar a una concentración sobre los 100 g/L, produciendo cambios en las propiedades de la solución acuosa, por lo que resulta indispensable estudiar su efecto en el proceso de extracción por solventes de cobre.

El presente trabajo busca estudiar la presencia de ion cloruro y/o agua de mar en la extracción por solventes de cobre, utilizando el extractante LIX 984N, el cual es una mezcla 1:1 en volumen de los extractantes LIX 860N-I (5-nonil-salicilaldoxima) y LIX 84-I (2-hidroxi-5-nonil-acetofenona oxima), esta mezcla de hidroxioxima tiene un uso extensivo en el proceso de SX para el cobre, ya que tiene la ventaja de combinar la alta fuerza extractiva y rápida cinética de las aldoximas con las buenas características físicas de operación y estabilidad química de las cetoximas. Esta mezcla de aldoxima/cetoxima se considera un extractante fuerte, no tan poderoso como una aldoxima pura, pero con características mejores en separación de fases, en generación de borras, selectividad y estabilidad Ruiz, 2013^[8], Symanowski, 1993^[14].

La reacción de extracción de cobre con la mezcla aldoxima/cetoxima se puede representar por:



Donde HR es el reactivo orgánico y R_2Cu el compuesto extraído Ruiz, 2013^[8].

La reacción (1) es una reacción heterogénea entre dos fases líquidas inmiscibles, que ocurre en la interfaz entre la fase acuosa y la fase orgánica. Por lo tanto, para que ocurra con una velocidad apropiada es necesario que se logre generar un área interfacial grande mediante la dispersión de una fase en la otra. Esto generalmente se realiza por agitación mecánica en un estanque, lo cual produce gotas de una de las fases (fase dispersa) en la otra (fase continua).

El equipo más común para separar la dispersión es un decantador gravitacional, donde ocurren principalmente dos fenómenos asociados a la separación de fases: sedimentación, la cual ocurre cuando una gota de dispersión se mueve en la fase continua hasta encontrar su respectiva fase, y la coalescencia que puede ocurrir entre dos o más gotas para formar gotas más grandes o entre las gotas con la fase madre. *Ruiz, 2013*^[8].

Como se mencionó anteriormente, la presencia del ion cloruro puede perjudicar la extracción por solventes de cobre, esto debido a que el cobre (II) puede formar cuatro complejos con el ion cloruro de la forma $CuCl^{(2-j)+}$ donde $j= 1-4$. La formación de estos complejos puede afectar la extracción de cobre con hidroxioximas de dos maneras: por reducción de la concentración de Cu^{2+} y por la posibilidad de extracción del complejo catiónico $CuCl^+$, o incluso el complejo neutro $CuCl_2$. *Navarro y Ruiz, 2001*^[7].

En el presente trabajo se estudió el efecto de la concentración de cloruro, en extracción por solventes con soluciones acuosas preparadas agregando cloruro de sodio a agua destilada o agua de mar. Para el caso del agua de mar se contabilizó el cloruro contenido en esta, y el balance para completar 60 y 110 g/L se agregó como cloruro de sodio, con el objeto de comparar con los casos de adición de ion cloruro a agua destilada. Además, la fase acuosa contenía concentraciones de 6 g/L de Cu^{2+} , 5 g/L de Fe^{2+} , 2g/L de Fe^{3+} agregados como sus correspondientes sulfatos. Por su parte la fase orgánica estaba constituida por LIX 984N con una concentración de 26%v/v en el diluyente ESCAID 110.

El trabajo realizado está separado en 3 tópicos de estudio:

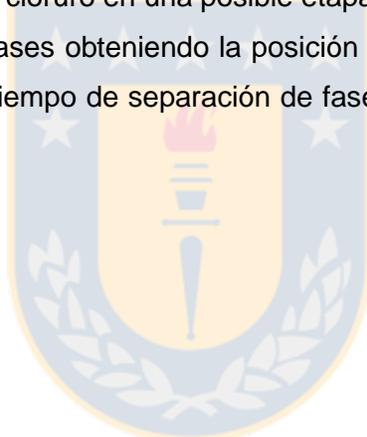
- Carga máxima del extractante.
- Equilibrio de extracción y re-extracción.
- Separación de fases

Objetivo General

Estudiar el efecto del uso de sales de cloruro y agua de mar en la extracción por solventes de cobre en un medio sulfato-cloruro utilizando el extractante LIX 984N.

Objetivos específicos

- Determinar el efecto de la concentración de cloruro en la carga máxima del extractante a pH 2.
- Realizar un estudio del equilibrio de extracción y re-extracción para distintas concentraciones de cloruro, con agua destilada y agua de mar mediante la construcción y análisis de isoterms.
- Determinar el efecto del ion cloruro en una posible etapa de lavado.
- Estudiar la separación de fases obteniendo la posición de la interfaz dispersión-fase acuosa en función del tiempo y el tiempo de separación de fases batch, en las distintas condiciones estudiadas.



2. Antecedentes.

2.1 Introducción a la extracción por solventes.

La extracción por solventes es un método de purificación de soluciones, es decir, un método para separar un ion metálico de interés de otros iones metálicos en solución acuosa. La extracción por solventes tiene fundamentos en la físico-química, y consiste en la extracción selectiva de un ion metálico, desde soluciones con impurezas, las cuales se disolvieron junto con el ion metálico de interés en el proceso de lixiviación

El proceso de extracción por solventes involucra el uso en forma cíclica de una fase orgánica, que actúa como el medio de intercambio para efectuar la partición selectiva de un componente dado. Este proceso cíclico se muestra de manera simplificada en la Figura 1.

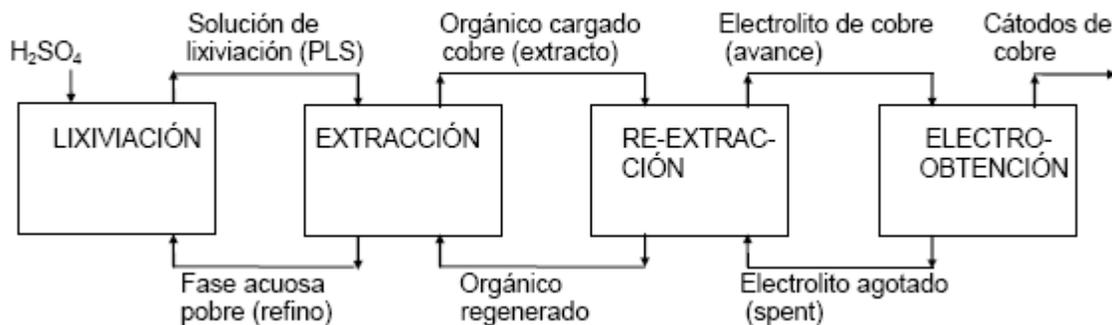


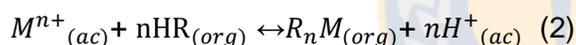
Figura 1. Proceso de recuperación del cobre mediante lixiviación-extracción por solventes-electrólisis.

En términos generales, la etapa de extracción consiste en contactar una solución acuosa que posee el metal de interés, con una fase orgánica inmisible, la cual contiene un reactivo orgánico con la capacidad de combinarse con este ion. Este contacto se realiza en un estanque mezclador mediante agitación mecánica, donde se dispersa una fase en la otra en forma de pequeñas gotas y la reacción de extracción ocurre en la superficie de las gotas de dispersión, produciéndose así la transferencia de la especie metálica desde la fase acuosa a la fase orgánica. Posteriormente las dos fases se separan por gravedad en un decantador. De esta forma se obtiene una fase orgánica cargada con la especie metálica de interés y una

fase acuosa residual baja en este metal, denominado refino. En la siguiente etapa llamada re-extracción o descarga, la fase orgánica que ahora posee el metal de interés, es contactada con una nueva fase acuosa de alta acidez, con la idea de transferir el ion metálico desde la fase orgánica a la fase acuosa. Esta etapa es inversa a la anterior, por lo que se busca que el equilibrio de la reacción(1) se desplace a la izquierda generando una fase orgánica descargada y una solución acuosa pura, rica en el metal de interés. En algunos casos, la extracción del metal de interés no es completamente selectiva, ya que existen otras especies que son coextraídas o son arrastradas en la fase orgánica durante la etapa de extracción. Cuando ocurre esta situación puede ser necesario agregar una etapa intermedia de lavado de la fase orgánica con una fase acuosa apropiada, para descargar las impurezas contaminantes, antes de realizar la re-extracción del metal de interés *Ruiz, 2013*^[8].

2.2 Extractantes quelantes.

Los extractantes quelantes, son capaces de formar un ion complejo o quelato con el metal de interés, liberando un ion hidrógeno a la solución acuosa. La reacción general de extracción de un metal con este tipo de reactivos se puede escribir:



Esta reacción (2) es reversible y tiene una fuerte dependencia entre el grado de extracción y el pH de la solución. A medida que el metal es extraído por la fase orgánica aumenta la concentración de protones en la solución acuosa. De esta forma, si el pH disminuye, la extracción del metal también disminuirá pues el equilibrio se desplazará hacia la izquierda. Por lo tanto, el proceso de re-extracción se puede realizar con una solución fuertemente ácida.

Ruiz, 2013^[8].

2.2.1 Hidroxioximas.

La mayor parte de los extractantes quelantes disponibles para extracción de cobre pertenecen al grupo de las hidroxioximas, como los reactivos LIX comercializados por BASF Chile S.A y los reactivos AcorgadeCytec Chile. La gran mayoría de estos reactivos se han desarrollado específicamente para extraer cobre de las soluciones de lixiviación, tanto ácidas como básicas

Las hidroxioximas poseen los grupos hidroxilo (-OH) y oxima (=N-OH), y se unen al cobre a través de un enlace con el grupo hidroxilo. El par de electrones libres del nitrógeno del grupo oxima permite la formación de quelatos. Los extractantes más utilizados industrialmente para la extracción de cobre son las hidroxioximas aromáticas, las cuales pueden representarse por la fórmula general mostrada en la Figura 2. Donde se puede ver la diferenciación estructural entre las cetoximas y las aldouximas, complementando con la información entregada por la Tabla 1.

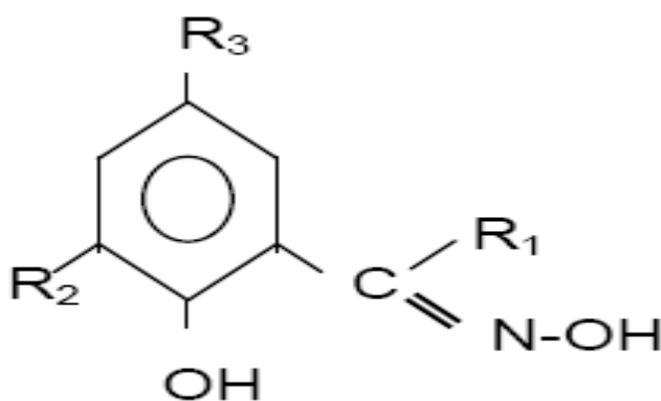


Figura 2. Fórmula estructural general para hidroxioximas aromáticas **Ruiz, 2013**^[8].

Tabla 1. Especificaciones de las estructuras generales para hidroxioxima aromáticas. **Ruiz, 2013**^[8].

	R1	R2	R3	Nombre comercial
Cetoximas	C6H5	H	C12H25	LIX 64
	C6H5	H	C9H19	LIX 65N
	C6H5	Cl	C9H19	LIX 70
	CH3	H	C9H19	LIX 84
Salicilaldoximas	H	H	C9H19	Acorga P50, LIX 860N
	H	H	C12H25	LIX 860

Las aldoximas poseen una mayor fuerza de extracción que las cetoximas, pudiendo extraer cobre a pH más bajo. Pero como desventaja, se requiere de una solución mucho más ácida para lograr su descarga y es necesario mayor tiempo para la separación de fases. En el caso de la cetoxima LIX 84, muestra una excelente separación de fases, bajas pérdidas por atrapamiento en el refinado y no genera un exceso de borras. Si bien no es un extractante de cobre muy fuerte, las características señaladas lo transforman en una excelente opción para algunas operaciones *Ruiz, 2013*^[8].

2.3 Caracterización del equilibrio de extracción.

2.3.1 Isotermas.

Las isotermas son la representación gráfica de las concentraciones del metal de interés, que se logran en la fase orgánica y en la fase acuosa cuando las dos fases están en equilibrio. Las isotermas pueden ser de extracción como de re-extracción, en ambos casos se utiliza la fase receptora del metal en el eje de las ordenadas, dejando el eje de las abscisas para la fase dadora del metal. Su propio nombre expresa que el equilibrio varía con la temperatura, por lo cual esta variable debe mantenerse muy controlada. La extracción suele ser bastante rápida, bastando solo unos minutos para alcanzar el estado de equilibrio a temperatura ambiente *Domic, 2005*^[4].

En la Figura 3 se muestran distintos tipos de isotermas. En el caso de las curvas tipo I, se puede apreciar un extractante fuerte (alto porcentaje de extracción en el equilibrio), el cual solo necesita valores pequeños del metal en la fase acuosa para ser capaz de alcanzar la carga máxima. En el caso de las curvas tipo II, se ve que representan extractantes más débiles, al costarle más llegar a valores más altos del metal en la fase orgánica. Finalmente, el caso III muestra una forma particular de S, entre los responsables de esto podemos encontrar la presencia importante de complejos no extraíbles y polimerización de la fase orgánica a bajas concentraciones del metal *Ruiz, 2013*^[8].

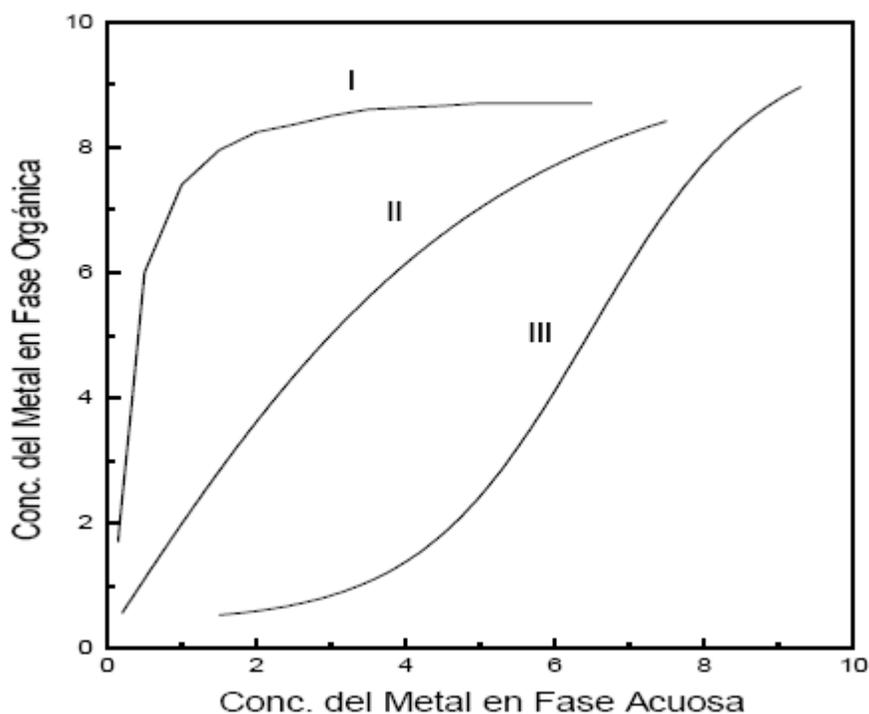


Figura 3. Tipos de isoterma de extracción *Ruiz, 2013*^[8].

2.3.2 Porcentaje de extracción en el equilibrio

Un concepto importante es el porcentaje de extracción en el equilibrio, definido como

$$\%Ee = \frac{V_{org}[M]_{org,e}}{V_{org}[M]_{org,e} + V_{ac}[m]_{ac,e}} \times 100(3)$$

Este parámetro entrega un grado de eficiencia en esta operación que incluye dos fases distintas. Generalmente se presenta gráficamente en función de la concentración de un componente del sistema, ya sea la concentración del ácido de la fase acuosa o el pH de esta fase *Ruiz, 2013*^[8].

2.3.3 Selectividad en la extracción de cobre en función de la acidez.

En la etapa de extracción el extractante puede extraer más de un metal, sin embargo, las hidroxioximas son muy selectivas y el único catión que podría extraerse a pH menor a 3 es el ion férrico. Esto se puede visualizar por comparación de las isotermas de pH de los distintos metales. En la Figura 4 se puede observar que para el caso del LIX 84, a pH 2 el cobre se puede cargar en una alta concentración y en forma selectiva pues el ion férrico es extraído de manera mínima. A pH más alto es capaz de extraer más cobre, pero con la desventaja de que pierde selectividad frente al Fe (III), el resto de los metales ahí mostrados, solo pueden extraerse a pH mucho mayor Ruiz, 2013^[8].

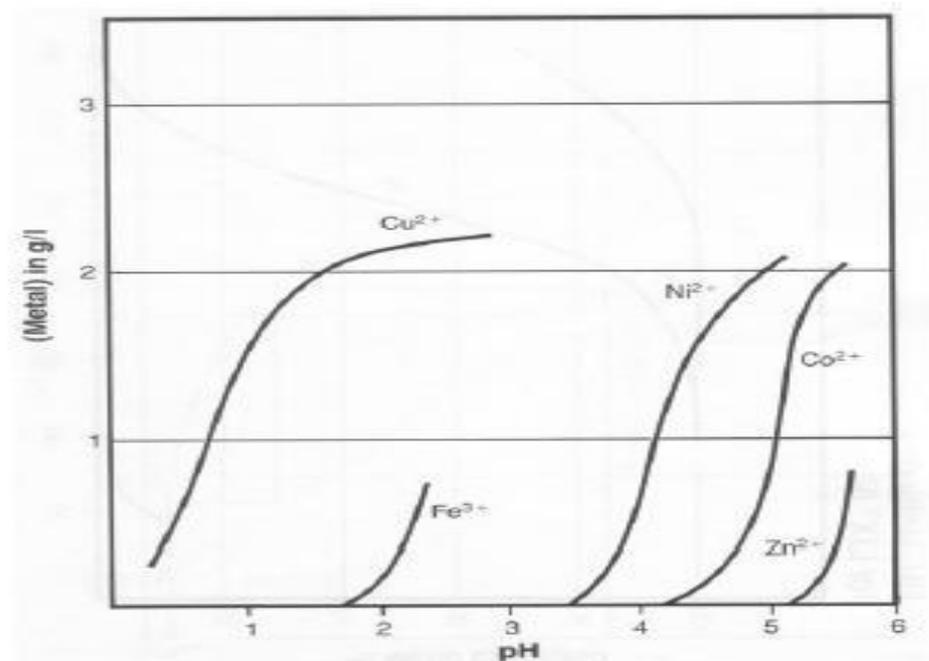


Figura 4. Isotermas de pH en el equilibrio para el LIX 84. Ruiz, 2013^[8].

2.4 Separación de fases de una dispersión.

El método más común para dispersar una fase líquida en forma de gotas en otra continua es por medio de la agitación mecánica. El equipo más sencillo y más comúnmente utilizado para separar una mezcla de dos líquidos en sus constituyentes es el decantador gravitacional, y esta separación se basa principalmente en 2 mecanismos físicos: la sedimentación de gotas y coalescencia de estas.

2.4.1 Continuidad de fases en el mezclador y su importancia.

Hay que destacar que, al mezclar dos fases inmiscibles, como es el caso de la extracción por solventes, una de ellas se encuentra dispersa en forma de pequeñas gotas en la otra fase que es continua. Cuando la fase dispersa es la acuosa se habla de continuidad orgánica y la situación opuesta se denomina continuidad acuosa, tal como lo muestra la Figura 5 *Castillo, 2012*^[2].

La continuidad tiene mucha influencia en los arrastres físicos de una fase en la otra cuando se efectúa la separación de fases en una operación continua. Estos arrastres deben ser minimizados ya que, en el caso de arrastres de orgánico en el acuoso significa pérdida de reactivo, puntualmente en el caso de los electrolitos puede producir contaminación en los cátodos. Por otra parte, si los arrastres son de acuoso en la fase orgánica en la extracción se pueden traspasar impurezas al electrolito al momento de descargarlo, y en el caso que el arrastre de acuoso se genere en la descarga, al volver a extracción, el orgánico descargado podría producir un aumento en la acidez, disminuyendo la eficiencia del proceso *Ruiz, 2013*^[8].



Figura 5. Representación de ambas continuidades. *Castillo. 2012*^[2].

2.4.2 Efecto de las propiedades físicas de las fases.

En el proceso de extracción por solventes de cobre, el tamaño de las gotas de la dispersión influye en la transferencia de masa que ocurre en el mezclador y en la velocidad de separación de fases en el decantador. Si las gotas son pequeñas aumenta la transferencia de materia producto de que hay más superficie disponible para la reacción, sin embargo, un diámetro muy pequeño de gota incrementa el tiempo de separación de fases. La variación de la viscosidad de la fase continua influye en la libertad que tiene la gota para moverse hacia su interfase, además, mientras mayor sea la diferencia de densidades, menor será el tiempo de separación de fases. La viscosidad de la fase acuosa es afectada por dos variables: temperatura y salinidad. La viscosidad del agua aumenta con la salinidad y disminuye al aumentar la temperatura *Castillo. 2012*^[2].

2.4.3 Sedimentación y coalescencia.

2.4.3.1 En el mezclador.

Los fenómenos que ocurren en esta parte del proceso es la coalescencia gota-gota, que es el proceso en que se combinan dos o más gotas hasta formar una más grande, y la ruptura de gotas, que ocurre cuando las gotas grandes revientan en gotas más pequeñas, esto ocurre por el efecto de la turbulencia provocada por la agitación.

2.4.3.2 En el decantador.

En esta parte del proceso los fenómenos más importantes son, la sedimentación, que ocurre cuando una gota se mueve a través de una fase continua, para aproximarse a su respectiva fase madre, como consecuencia de la diferencia de densidad con la fase continua y la coalescencia gota-interfase corresponde a la ruptura de una gota en la interfase para vaciar su contenido en su fase madre. Ambos procesos pueden o no ocurrir simultáneamente y dependen de una gran cantidad de factores como: concentración de la fase dispersa, viscosidad de la fase continua, diferencia de densidad entre las dos fases, geometría del mezclador-decantador (mixer-settler), turbulencia, presencia de sustancias tensoactivas e incluso presencia de partículas finas. *Castillo. 2012*^[2].

2.5 Revisión bibliográfica.

2.5.1 Investigaciones de Extracción por solventes con el uso de Hidroxioximas

2.5.1.1 Equilibrio.

Kordosky et al. 2006^[5], estudiaron el efecto que tiene la concentración de ácido sulfúrico, la temperatura, la concentración del extractante y la concentración de Cu en el electrolito spent, en el proceso de re-extracción de cobre, utilizando dos extractantes correspondientes al grupo de las aldoximas (LIX 622N) con tridecanol como modificador y cetoxima (LIX 8180). Para ambos casos el orgánico fue cargado solo con cobre. Los parámetros del estudio se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Parámetros del estudio *Kordosky et al. 2006*^[5]

Variables	Rango
Porcentaje de extractante (%)	5-45
Temperatura (°C)	20-45
Concentración de Cu Solución Spent (g/L)	30-55
Concentración H ₂ SO ₄ Solución Spent(g/L)	120-210

Para la variable temperatura los resultados de este estudio muestran que tanto para el LIX 622N como para LIX 8180 un aumento en la temperatura perjudica la re-extracción de cobre. Para la variable de concentración de ácido sulfúrico se encontró que un aumento en la concentración de este, favorece la re-extracción, también se pudo concluir que un aumento en la concentración de cobre en el electrolito spent perjudica la re-extracción y un aumento en la concentración del extractante perjudica la re-extracción.

Navarro y Ruiz, 2001^[7] estudiaron la extracción de cobre y hierro desde soluciones clorhídricas para el LIX 84-IC y LIX 860-IC. Los resultados mostraron que al aumentar la acidez o la concentración de cloruro se produjo una disminución de la extracción de cobre con ambos extractantes y a la vez una disminución del pH. Este efecto del ion cloruro se explica por la formación de complejos de cloruro con el Cu(II) y Fe(III) en la solución acuosa. Las pruebas de carga máxima mostraron que, la capacidad de extracción de ambos extractantes no varía al modificarse la concentración de cloruro en la fase acuosa. Respecto a la extracción con contenidos de cloruro y hierro, se encontró una mejora en la extracción de cobre en medio cloruro, cuando hay presencia de hierro en la solución. Esto se explicó por la mayor estabilidad de los complejos de ion férrico con cloruro en comparación con los complejos de ion cúprico con cloruro.

En la Tabla 3 podemos ver una tabla comparativa entre las propiedades de las aldoximas y las cetoximas y las mezclas.

Tabla 3. Comparación de las Propiedades de los Extractantes y su mezcla.
Navarro et al., 2013^[8]

Propiedades comparadas	Cetoxima	Aldoxima	Mezcla Cetoxima/Aldoxima
Capacidad de extracción	Moderado	Fuerte	Ajustable a la medida
Facilidad de descarga	Muy buena	buena	Ajustable a la medida
Selectividad Cu/fe	Excelente	Excelente	Excelente
Cinéticas para el Cu	Muy buena	Muy rápida	Rápida
Separación de fases	Muy buena	Muy buena	Muy buena
Estabilidad de la molécula	Muy buena	Buena	Muy buena
Generación de borras(Crud)	Baja	Variable	Baja

Reddy *et al.* 2007^[12], estudiaron la extracción de cobre, desde soluciones Cu-Ni-Co-Fe, en medio sulfato usando los extractantes LIX 84 y LIX 973N (mezcla de aldoxima/cetoxima) diluidos en Kerosene. Estudiaron parámetros como el pH inicial, concentración del extractante, equilibrio extracción. Para las pruebas de extracción usando un 30% y 40 % de extractante en la fase orgánica, se obtuvo que al aumentar el pH inicial de la solución hay una mejora en los resultados de extracción de cobre para ambos extractantes y a la vez, hubo una mejor extracción a un porcentaje de extractante mayor. Como se puede apreciar en la Figura 6, se obtuvo una mejor extracción utilizando el extractante LIX 973N en comparación del LIX 84.

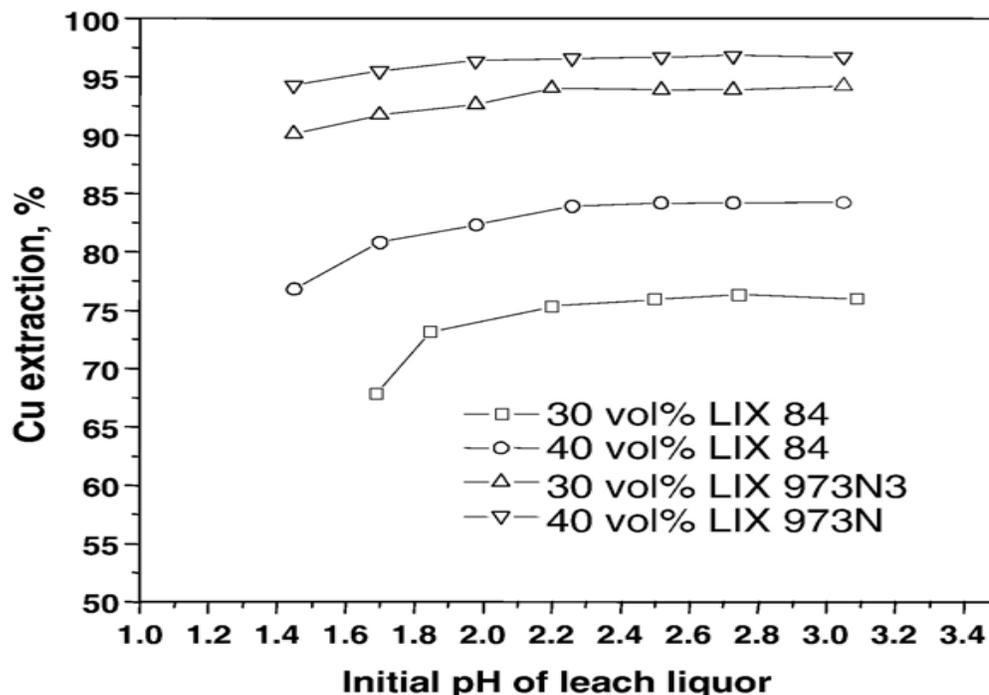


Figura 6. Efecto del pH inicial en la extracción de cobre con Fase Orgánica: 30 y 40 vol.% LIX 84/LIX 973N diluidos en kerosene.

Reddy y Priya, 2005^[11], obtuvieron un resultado interesante en el caso de las pruebas de re-extracción de cobre en medio sulfato, utilizando el extractante LIX-84 I. en estas pruebas para una misma razón O/A se aumentó la concentración de ácido sulfúrico en la solución de electrolito spent desde 0,5 a 2M lo que generó un aumento de la eficiencia de re-extracción desde un 79,4% hasta un 90,8%.

2.5.1.2 Separación de fases.

Ruiz et al. 2002^[6]. Estudiaron la distribución de tamaño de las gotas de orgánico producidos en un reactor batch. La fase orgánica utilizada estaba compuesta de una mezcla de dos extractantes en razón 1:1 de LIX 860-IC y el LIX 64-IC diluido en Escaid 103. La solución acuosa estaba compuesta por sulfato de sodio 0,25M. Las variables estudiadas fueron, la velocidad de agitación, pH de la fase acuosa, concentración del extractante en la fase orgánica y la temperatura. Como resultado de estas pruebas se obtuvo que, el sistema alcanza el equilibrio de la distribución de tamaño de gotas en menos de 30 segundos de agitación. En cuanto a la velocidad de agitación se obtuvo que un aumento de la velocidad de agitación aumenta la tendencia de las gotas de orgánico a romperse, variando de esta manera la distribución de tamaño de las gotas hacia gotas más pequeñas. Además, se obtuvo que un aumento en la temperatura del sistema desde 22°C a 32°C resulta en la disminución del tamaño de las gotas, mientras que un cambio en la concentración de extractante de 7% a 20% no afecta la distribución de tamaño de las gotas. En cuanto al pH de la solución acuosa, se obtuvo que una disminución del pH inicial de la fase acuosa, desde 5,7 hasta 2,0 incrementa la tendencia de las gotas de orgánico a romperse, generando una distribución de tamaño de gota más fina, debido a los cambios en la carga superficial de las gotas producto del cambio de pH.

Hernández et al. 2012^[10], determinaron la influencia del agua de mar en las propiedades fisicoquímicas para las soluciones ácidas de CuSO_4 , a diferentes temperaturas (25-50°C) y su efecto en las propiedades físicas tales como la densidad, la conductividad iónica y viscosidad. Estas propiedades medidas muestran una diferencia promedio de 1,42% para la solubilidad con mejores resultados para el agua fresca, además estas diferencias en la solubilidad se incrementan al aumentar la temperatura. Para la densidad, la diferencia promedio resultó 1%, siendo mayor para el agua de mar, esta diferencia se mantiene linealmente al aumentar la temperatura. Para la viscosidad la diferencia promedio fue de un 5,61%, se obtuvo además que la viscosidad es mayor para el agua de mar y que al aumentar la temperatura, la viscosidad disminuye siguiendo un comportamiento polinomial a diferencia del resto de los parámetros que siguen comportamientos lineales.

2.5.2 Investigaciones usando LIX 984N.

2.5.2.1 Equilibrio.

Devi y Nayak, 2014^[9] estudiaron la extracción por solventes de cobre en medio sulfato (Cu-Ni) usando LIX984N diluido en kerosene. Estudiaron parámetros como el pH, la concentración del extractante, concentraciones de las sales, varios diluyentes y temperatura. En cuanto al pH de equilibrio se obtuvo que el porcentaje de extracción aumento con el incremento de pH. En cuanto al porcentaje de extractante se obtuvo que al aumentarlo incrementa el porcentaje de extracción. Además, se obtuvo que un aumento de temperatura mejora la extracción de cobre.

2.5.2.2 Separación de fases.

Castillo et al., 2012^[1], estudiaron los fenómenos de sedimentación y coalescencia en la separación de fases de una dispersión, en la cual, la fase acuosa correspondía a una solución de sulfato de sodio 0,25M y la fase orgánica era una solución del extractante LIX 984N en el solvente Shellsol 24 AR. Para efectuar las pruebas, el reactor de mezcla fue llenado con volúmenes iguales de cada fase (400 ml). Después de agitar el sistema durante un tiempo determinado, se detenía el motor, grabando mediante una cámara la separación de las fases hasta que se hubieran separado completamente, registrando los perfiles de sedimentación y coalescencia, así como el tiempo final de separación. Se encontró que en el sistema estudiado la separación de fases dependía fuertemente de la velocidad de agitación en el rango de 400 a 800 rpm y era independiente de esta variable en el rango de 800 -1200 rpm. En cuanto al efecto del tiempo de agitación, se obtuvo que con 800 rpm de agitación bastaban 3 minutos para que la velocidad de separación de fases no se viera afectada. En cuanto al efecto del porcentaje de extractante en la fase orgánica se encontró un aumento sustancial en los tiempos de separación de fases a medida que se incrementaba la cantidad de extractante. Esto se explicó por los cambios en las propiedades de la fase orgánica tal como la viscosidad. Los valores de las variables de la investigación se muestran a continuación en la Tabla 4.

Tabla 4. parámetros de operación *Castillo et al. 2012*^[1]

Variable	valor
Velocidad de agitación (rpm)	400-1.200
Tiempo de agitación (s)	30-1800
Porcentaje de extractante en la fase orgánica (%)	5-30
Continuidad de fases	Acuosa/orgánica
Fracción de fase dispersa	0,5
Concentración de sulfato de sodio (mol/L)	0,25
pH	2
Temperatura (°C)	20



3. Desarrollo experimental

3.1 Reactivos.

En este trabajo se utilizaron los siguientes reactivos suministrados por Merck: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ y NaCl

Para la preparación de la fase orgánica se utilizó el extractante LIX 984N proporcionado por BASF S.A. y el diluyente ESCAID 110.

Además, se utilizó ácido sulfúrico al 96%v/v

3.2 Equipos y material de laboratorio.

- Reactor (vaso de precipitado de 1L, con cuatro deflectores)
- Vaso de precipitado de doble pared de 1L
- Embudos de decantación de 500 mL y 50 mL
- Agitador mecánico Ika Eurostar 60 Digital
- Baño termostático
- Centrifuga SIGMA 2-6E
- Calefactor
- Computador con cámara de video
- pH metro y electrodo para medir concentración de cloruro
- Densímetro Mettler Toledo DA-100M
- Tensiómetro Kruss de anillo y placa
- Viscosímetro de rutina Cannon-Fenske

3.3 Especificación de las soluciones utilizadas.

La composición de las soluciones acuosas utilizadas en las pruebas de extracción fue la siguiente: 6 g/L de Cu^{2+} , 5g/L de Fe^{2+} y 2 g/L de Fe^{3+} (todos agregados como sulfatos). Además, en algunos casos se agregó NaCl para obtener concentraciones de cloruro de 60 g/L y 110 g/L dependiendo del caso. Para las pruebas con agua de mar se agregó NaCl extra en concentraciones 0 g/L, 41,2 g/L y 91,2 g/L de ion cloruro. Todas las soluciones acuosas se ajustaron a pH 2 por adición de ácido sulfúrico al 20%. La solución acuosa (electrolito) utilizada en las pruebas de re-extracción contenía 35 g/L de Cu^{2+} y 180 g/L, 190g/L y 200 g/L de ácido sulfúrico. En el caso de la fase orgánica, en todas las pruebas se usó una concentración de 26%v/v de extractante LIX 984N en ESCAID 110 como diluyente. Los volúmenes de cada una de las soluciones utilizadas, se enrasaron a 20 °C.

3.4 Procedimiento experimental.

El estudio del efecto del ion cloruro y uso del agua de mar en la extracción por solventes de cobre utilizando LIX 984N, incluyó pruebas de carga máxima del extractante, equilibrio y separación de fases.

3.4.1 Carga máxima del extractante.

Las pruebas para la determinación de la carga máxima del extractante, se llevaron a cabo a temperatura ambiente en un embudo de decantación de capacidad 1L, una vez preparadas las soluciones acuosas con iguales concentraciones de Cu^{2+} , Fe^{2+} y Fe^{3+} (6, 5 y 2 g/L, respectivamente) y concentraciones de cloruro de 0, 60 y 110 g/L, se procedió a contactar 50mL de cada una de las fases acuosas con 50 mL de fase orgánica, con una concentración del extractante de 26%v/v en ESCAID 110 durante 5 minutos. Una vez separadas las fases se vació el acuoso resultante por la llave inferior, se midió su pH y se cargó al embudo acuoso fresco para repetir el procedimiento 2 o más veces, hasta que no existiera diferencia entre el pH inicial de 2 y el pH final de la solución acuosa. Una vez obtenido esto, se procedió a guardar el orgánico cargado con el fin de determinar su contenido de cobre. Esto se hizo descargando completamente una muestra de volumen conocido de orgánico con ácido sulfúrico 180g/Ly analizando la fase acuosa resultante.

3.4.2 Pruebas de equilibrio de extracción y re-extracción.

3.4.2.1 Equipamiento.

El equipo utilizado en las pruebas de equilibrio consistió en un vaso precipitado de capacidad 1L y 10 cm de diámetro, provisto de 4 deflectores dispuestos de manera equidistante en una estructura de acero inoxidable instalada en el interior del vaso. El objetivo de estos deflectores era impedir la formación de un vórtice al momento de agitar las soluciones. El reactor se mantenía dentro de un baño termostático a la temperatura requerida. La agitación se llevó a cabo mediante un impulsor de vidrio de 4 aspas ubicado aproximadamente 3 centímetros sobre el nivel de la base del vaso.



Figura 7. Equipamiento de las pruebas de extracción (1) baño termostático, (2) reactor, (3) impulsor de vidrio de 4 aspas, (4) agitador mecánico

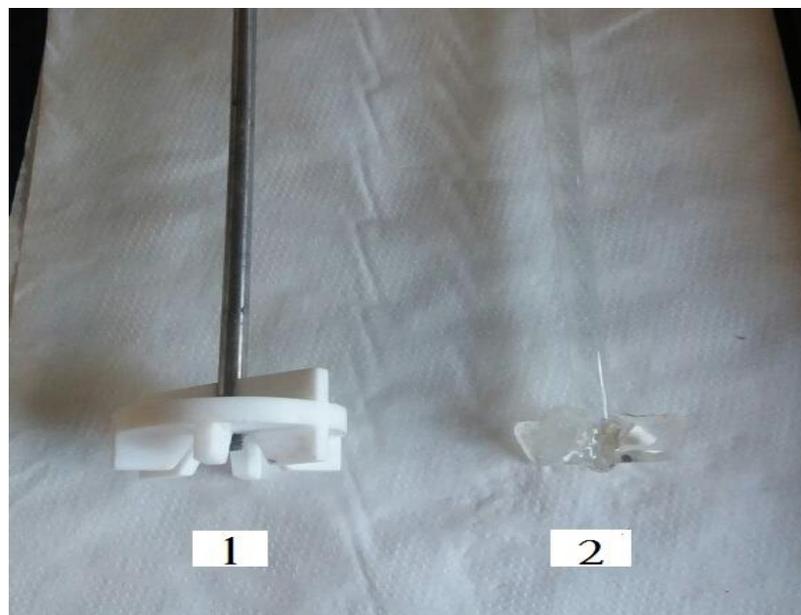


Figura 8. Impulsores, (1) pruebas de separación de fases, (2) Pruebas de extracción y re-extracción.

3.4.2.2 Pruebas de Equilibrio de Extracción

Para determinar isotermas de extracción se hicieron pruebas de equilibrio utilizando distintas razones orgánico/acuoso (O/A), para cada una de las soluciones acuosas consideradas (con 0, 60 y 110 g/L de ion cloruro, preparadas con agua destilada o con agua de mar.) Los volúmenes del acuoso y del orgánico en cada caso se midieron usando matraces aforados y/o pipetas totales a 20°C. Las 7 razones de fase utilizadas se muestran en la Tabla 5. Ambas fases se vertieron en el reactor inmerso en el baño termostático. Se esperó unos minutos hasta alcanzar la temperatura deseada para la prueba, para luego agitar intensamente la mezcla durante 13 minutos a 600 rpm y para finalizar con otros 2 minutos a 300 rpm con el fin de lograr un mayor tamaño en las gotas de la fase acuosa y evitar arrastres hacia la fase orgánica. Una vez terminada la agitación se esperaron 5 minutos, para asegurar una correcta separación de fases a la temperatura de interés. Posteriormente se tomó una muestra de la fase acuosa, la cual se filtró, se midió pH y se envasó para enviar a análisis químico. Además, en algunos casos (razones O/A 1/1, 1/4 y 1/6) se extrajo también, mediante una pipeta una muestra del orgánico la cual fue filtrada y luego descargada con una solución de ácido sulfúrico para poder ser analizada.

Tabla 5. Volúmenes utilizados para las pruebas de extracción.

Razón O/A	Volumen de orgánico (mL)	Volumen de acuoso(mL)
5 / 1	500	100
3 / 1	300	100
2 / 1	360	180
1 / 1	300	300
1 / 2	160	320
1 / 4	85	340
1 / 6	85	510

3.4.2.3 Pruebas de equilibrio de re-extracción

Se prepararon las soluciones orgánica y acuosa (esta última sin cloruro) con el fin de contactarlas, para obtener un orgánico cargado aproximadamente al 80% de su carga máxima (aproximadamente 10,5 g/L de cobre). La razón de fases a utilizar en la carga del orgánico se determinó de la isoterma de extracción experimental y se utilizó el mismo reactor de 1L con 4 deflectores. Se hicieron varios contactos de carga hasta obtener un volumen suficiente de orgánico, para realizar todas las pruebas de re-extracción a las temperaturas de interés. Todos los orgánicos se mezclaron, tomándose una muestra inicial para comprobar si se consiguió la carga de cobre deseada. Las pruebas de re-extracción se realizaron mezclando el orgánico cargado con el electrolito a las razones O/A mostradas en la Tabla 6. Para cada razón O/A se agitaron las fases por 13 minutos a 600 rpm y 2 minutos a 300 rpm. Se dejó separar las fases alrededor de 5 minutos y se tomó una muestra de orgánico después de cada contacto para determinar el contenido de cobre. Dado que el orgánico no puede analizarse directamente, su carga de iones debe descargarse con una solución de ácido sulfúrico de 180 g/L, mediante contactos repetidos para analizar el acuoso resultante. El procedimiento para descargar el orgánico se describe en detalle en la sección

3.4.5 Análisis del orgánico.

Tabla 6. Volúmenes utilizados en las pruebas de re-extracción.

Razón O/A	Volumen de la fase orgánica (mL)	Volumen de la fase acuosa (mL)
3/1	300	100
2/1	300	150
1/1	200	200
1/2	150	300

3.4.3 Separación de fases en la etapa de extracción.

El objetivo de estas pruebas es determinar el tiempo necesario para la separación completa de las fases orgánica y acuosa. Para cada una de las experiencias se equilibró previamente el orgánico con una solución acuosa de idéntica concentración de cloruro a la prueba de extracción correspondiente, a una razón O/A 1:1 (350 mL de cada fase). Esto se realizó llevando a cabo el procedimiento descrito para las pruebas de extracción sección 3.4.2.2. Una vez alcanzado el equilibrio, se procedió a contactar las fases por 20 minutos con una agitación de 800 rpm. Una vez terminada la agitación, la separación de fases fue grabada mediante una cámara conectada a un computador con el fin de procesar las imágenes y obtener las alturas de la fase acuosa a distintos tiempos, procesando las imágenes en el programa Labview. El equipamiento utilizado en estas pruebas esmostrado a continuación en la Figura 9.

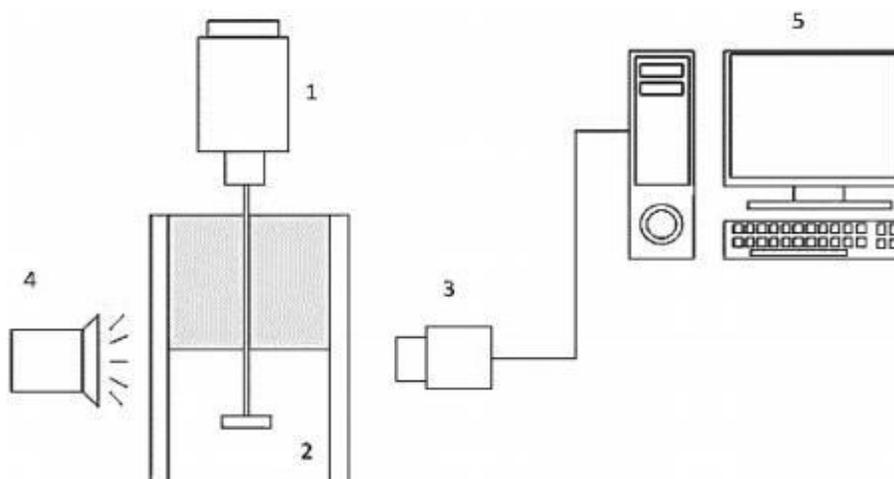


Figura 9. Equipo separación de fases, (1) sistema de agitación, (2): reactor, (3): cámara digital, (4): foco halógeno, (5): computador. *Castillo. 2012*^[2]

3.4.4 Lavado del orgánico

Para las pruebas de lavado se usaron cuatro muestras de orgánicos cargados, obtenidos en contactos con el acuoso de composición estándar de las pruebas de extracción, mezclados en razones O:A de 1:1 y 1:2, para acuosos con contenidos de 60 y 110 g/l de cloruro y para acuosos con agua de mar en concentración 60 g/L de cloruro. La solución acuosa de lavado utilizada se ajustó a un pH aproximadamente de 0,6 con ácido sulfúrico (menor al obtenido en el acuoso después del contacto para cada razón).

El procedimiento de lavado implicó mezclar por 15 min 100 ml del orgánico cargado con 10 ml de la solución de lavado en un embudo de decantación. Una vez transcurrido el tiempo de mezclado (5 min) las fases se dejaron separar y se vació el acuoso por la llave inferior en un matraz aforado de 25 ml. Se repitió el proceso con solución fresca de lavado y se juntó en el matraz. Posteriormente, se enrasó el matraz a 25 ml.

3.4.5 Análisis del orgánico.

Debido a la imposibilidad de analizar directamente el cobre (o hierro) contenido en la fase orgánica, en aquellos casos en que no podía calcularse por balance del análisis de la fase acuosa, se procedió a descargar el orgánico por contactos repetidos con una solución de ácido sulfúrico a una concentración de 180 g/L.

Se tomaba una alícuota de volumen conocido del orgánico y se contactaba con la solución ácida a una razón O/A de 1/1 durante 5 minutos en un embudo de decantación. Una vez separadas las fases se descargaba la fase acuosa por la llave inferior y reemplazaba por solución acuosa fresca y se repetía el procedimiento hasta 2 veces más, recolectando los acuosos resultantes. Finalmente, la mezcla de acuosos recolectados en cada contacto se enrasaba a un volumen conocido y se enviaba a análisis químico por cobre y/o hierro.



4. Resultados y discusiones.

4.1 Carga máxima del extractante.

En primer lugar, se determinó la carga máxima de cobre para LIX 984N al 26%v/v en ESCAID 110 usando soluciones acuosas con distintas concentraciones de cloruro. Para cada concentración, bastaron entre 5 y 7 contactos con solución acuosa fresca, para que no hubiera variación de pH respecto al valor inicial de 2 en cada uno de los casos. Las concentraciones involucradas en las soluciones acuosas fueron 6g/L de Cu^{2+} , 5g/L de Fe^{2+} y 2g/L de Fe^{3+} , además de las concentraciones variables de cloruro: 0 g/L, 60g/L y 110 g/L. La Tabla 7 muestra los resultados obtenidos.

Tabla 7. Carga máxima del LIX 984N para diferentes concentraciones de ion cloruro.

Porcentaje de extractante (%)	Concentración de ion cloruro (g/L)	Carga máxima (g/L)
26	0	14,2
26	60	14,0
26	110	13,9

Como se puede observar de la Tabla 7 la carga máxima del extractante se ve levemente afectada por el aumento en la concentración de ion cloruro en la solución acuosa.

4.2 Equilibrio de extracción en medio cloruro con agua destilada.

A continuación, se muestran las isotermas obtenidas para LIX 984N al 26%v/v en ESCAID 110 en soluciones acuosas con concentraciones de 6g/L de Cu^{2+} , 5g/L de Fe^{2+} y 2g/L de Fe^{3+} , separadas por las distintas concentraciones de cloruro (0, 60 y 110 g/L) y a temperaturas de 25 y 35°C, con el fin de analizar la influencia de la temperatura en cada caso.

4.2.1 Efecto de la temperatura en el equilibrio de extracción.

Las Figuras 10 a 12 muestran las isotermas de extracción obtenidas a 25 y 35 °C para soluciones con concentraciones de cloruro de 0, 60 y 110 g/L.

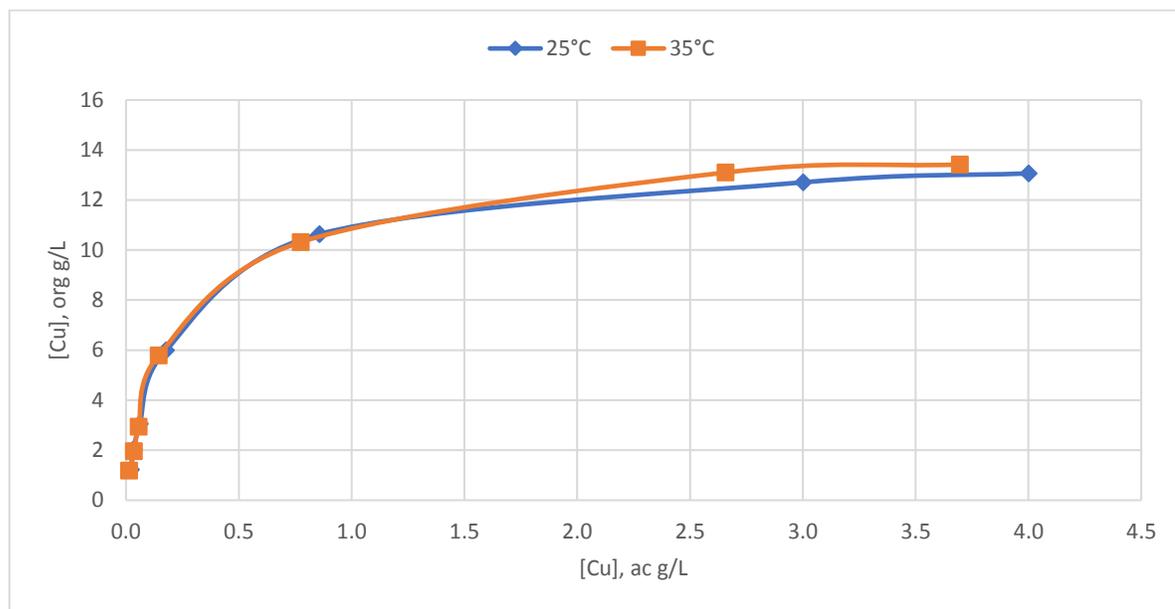


Figura 10. Isotermas de extracción, para soluciones preparadas con agua destilada y 0 g/L de ion cloruro a 25°C y 35°C.

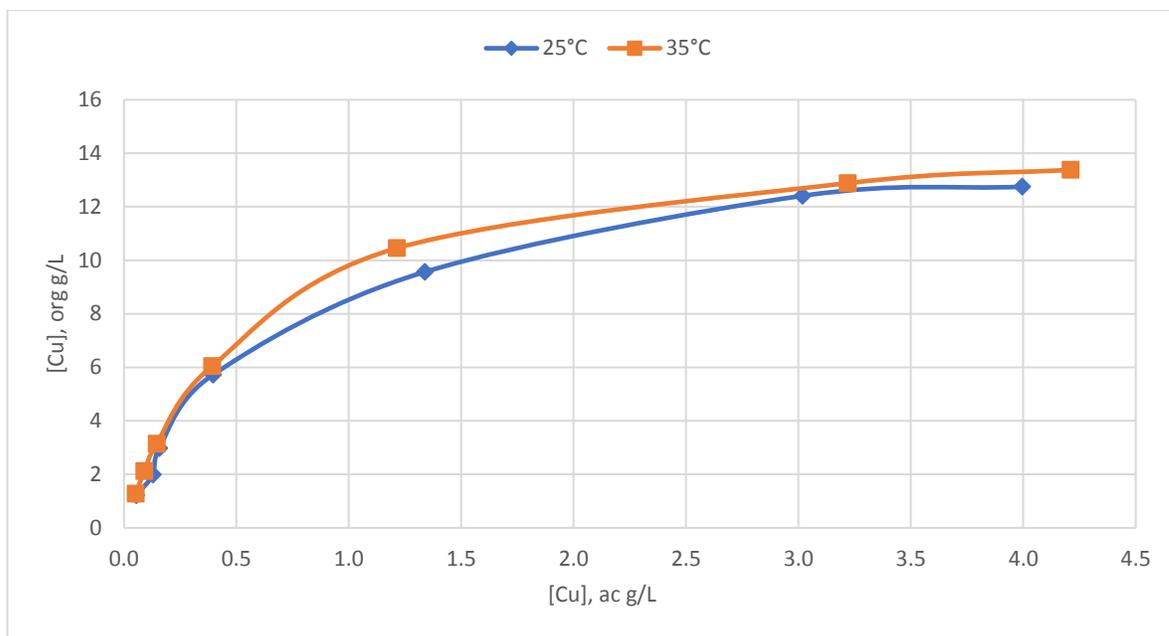


Figura 11. Isothermas de extracción, para soluciones preparadas con agua destilada y 60 g/L de ion cloruro a 25°C y 35°C.

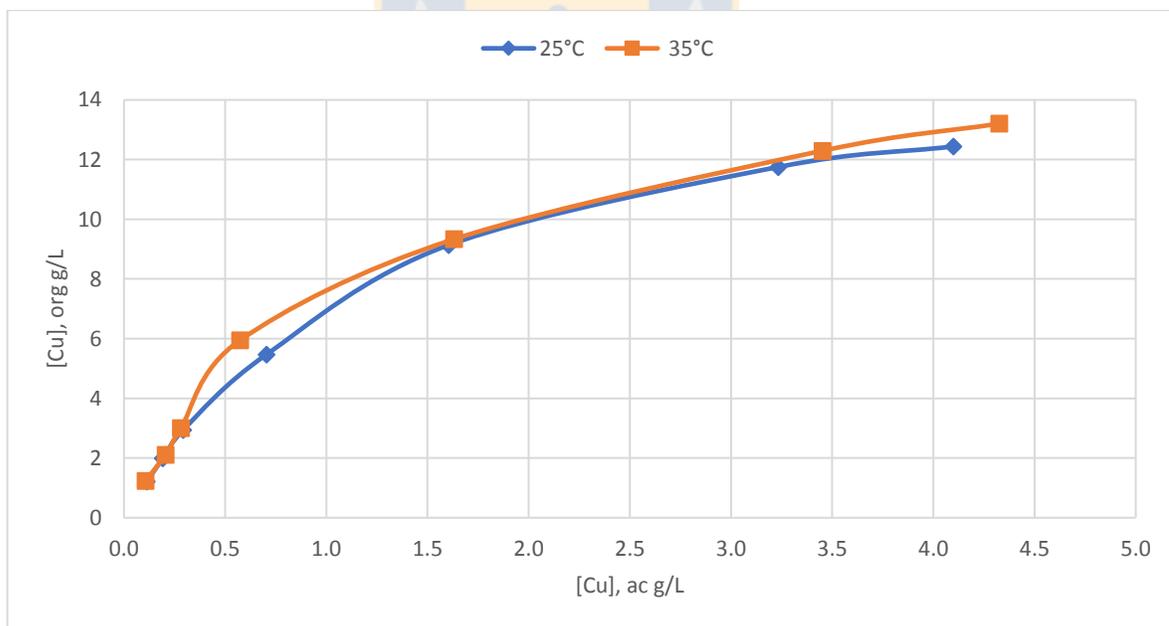


Figura 12. Isothermas de extracción, para soluciones preparadas con agua destilada y 110 g/L de ion cloruro a 25°C y 35°C.

En estas figuras se puede observar que un aumento de la temperatura genera una leve mejora en la extracción de cobre, independiente de la presencia de cloruro en la solución. En todos los casos, la isoterma de 35°C se encuentra levemente desplazada hacia la izquierda de la isoterma de 25°C, permitiendo de esta forma extraer más cobre. Para el caso de la isoterma de 60 g/L de ion cloruro, a una razón O/A 1:1, se obtuvo que a 25°C el porcentaje de extracción fue de 93,5% y al incrementar la temperatura a 35°C se incrementó el porcentaje de extracción a un 93,9%. Esto concuerda con la investigación de *Devi y Nayak*^[9], donde se obtuvo que un aumento de temperatura afecta positivamente la extracción de cobre para el extractante LIX 984N.

4.2.2 Efecto de la concentración de cloruro en el equilibrio de extracción.

En las Figuras 13 y 14 se comparan las isotermas obtenidas para soluciones acuosas con distintas concentraciones de cloruro, a temperaturas de 25 y 35 °C, respectivamente.

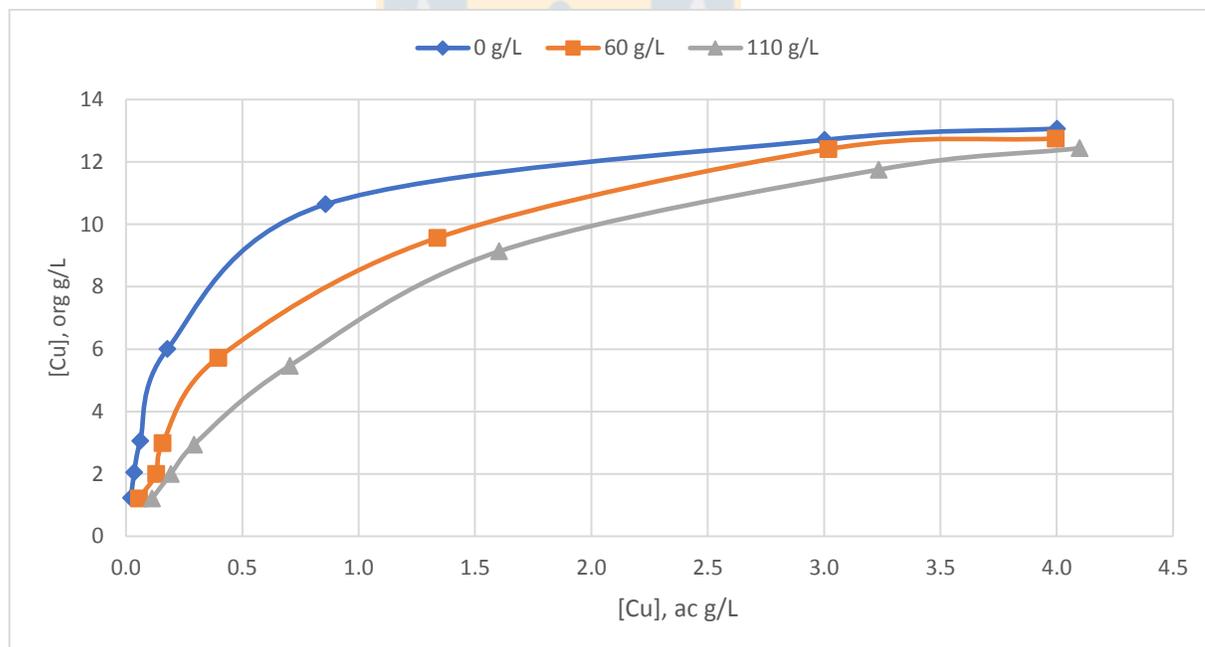


Figura 13. Isotermas de extracción a 25°C, para soluciones preparadas con agua destilada y concentraciones de ion cloruro de 0, 60, 110 g/L.

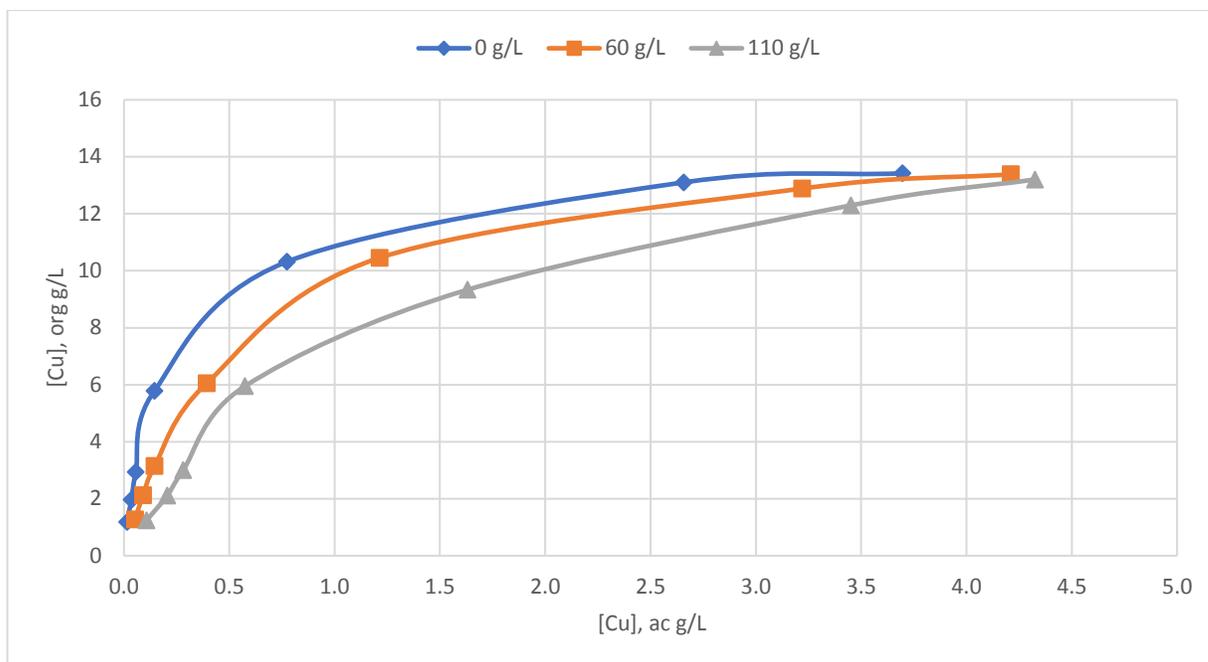


Figura 14. Isotermas de extracción a 35°C, para soluciones preparadas con agua destilada y concentraciones de ion cloruro de 0, 60, 110 g/L.

En las Figuras 13 y 14 se observa que, a ambas temperaturas al aumentar la concentración de cloruro en la solución acuosa, la fase orgánica extrae menor cantidad de cobre. Por ejemplo, para las isotermas a 35°C, de 0 g/L de ion cloruro, en la razón 1:1 el porcentaje de extracción es de 97,6%, en cambio para la isoterma de 110 g/L de ion cloruro para la misma temperatura y razón O/A 1:1 tenemos un porcentaje de extracción de 91,2%, esto concuerda con la investigación de *Navarro y Ruiz, 2001*^[7], donde se obtuvo que el aumento en la concentración de cloruro disminuye la capacidad de extracción para las hidroxioximas.

4.3 Equilibrio de extracción con agua de mar.

Para estas pruebas de equilibrio se utilizó como fase orgánica LIX 984N al 26% en ESCAID 110, y la fase acuosa contenía soluciones con concentraciones de 6g/L de Cu^{2+} , 5g/L de Fe^{2+} y 2g/L de Fe^{3+} , preparadas con agua de mar, en la cual se consideró un cloruro base de 18,8 g/L, y además se añadió 0 g/L, 41,2 g/L o 91,2 g/L como cloruro de sodio, con el fin de balancear el ion cloruro para luego hacer una comparación con las isotermas preparadas con agua destilada.

4.3.1 Efecto de la temperatura en el equilibrio de extracción.

A continuación, en las Figuras 15 a 17 se muestran las isotermas de extracción de soluciones acuosas preparadas con agua de mar a distintas concentraciones de ion cloruro a temperaturas de 25 y 35°C.

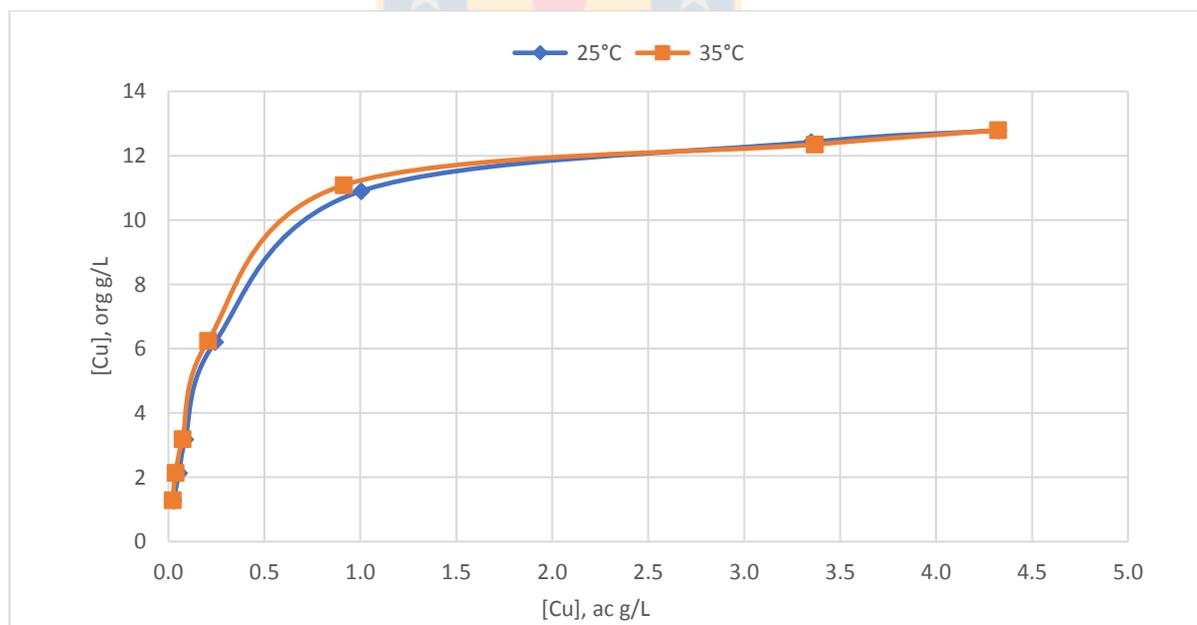


Figura 15. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua de mar sin ion cloruro añadido a 25°C y 35°C.

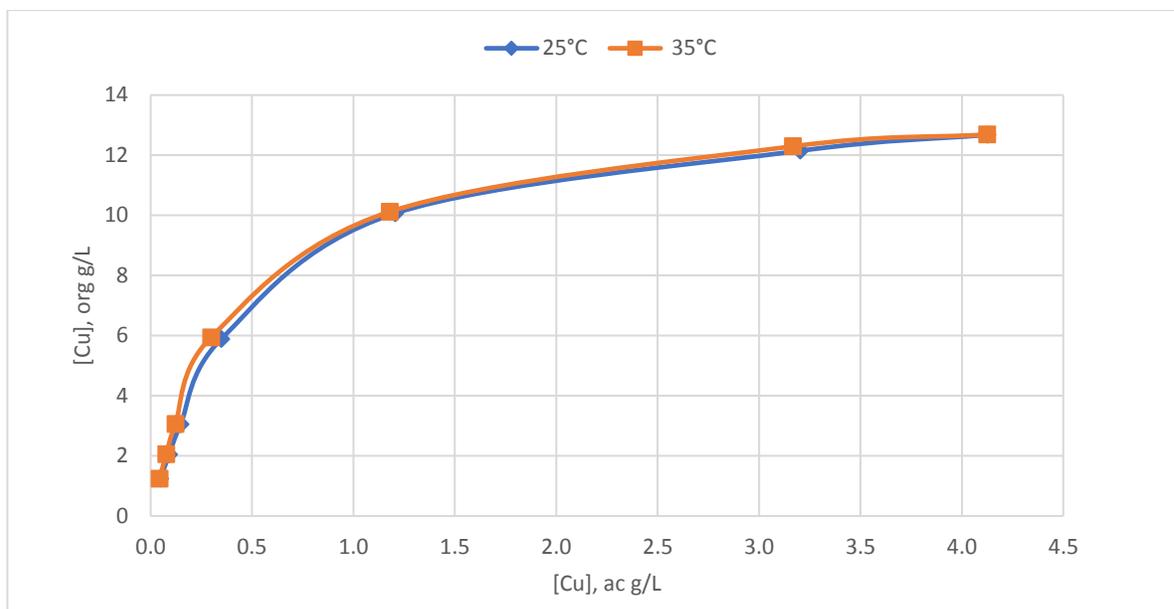


Figura 16. Isothermas de extracción para soluciones preparadas con agua de mar y con 41,2 g/L de ion cloruro añadido a 25°C y 35°C.

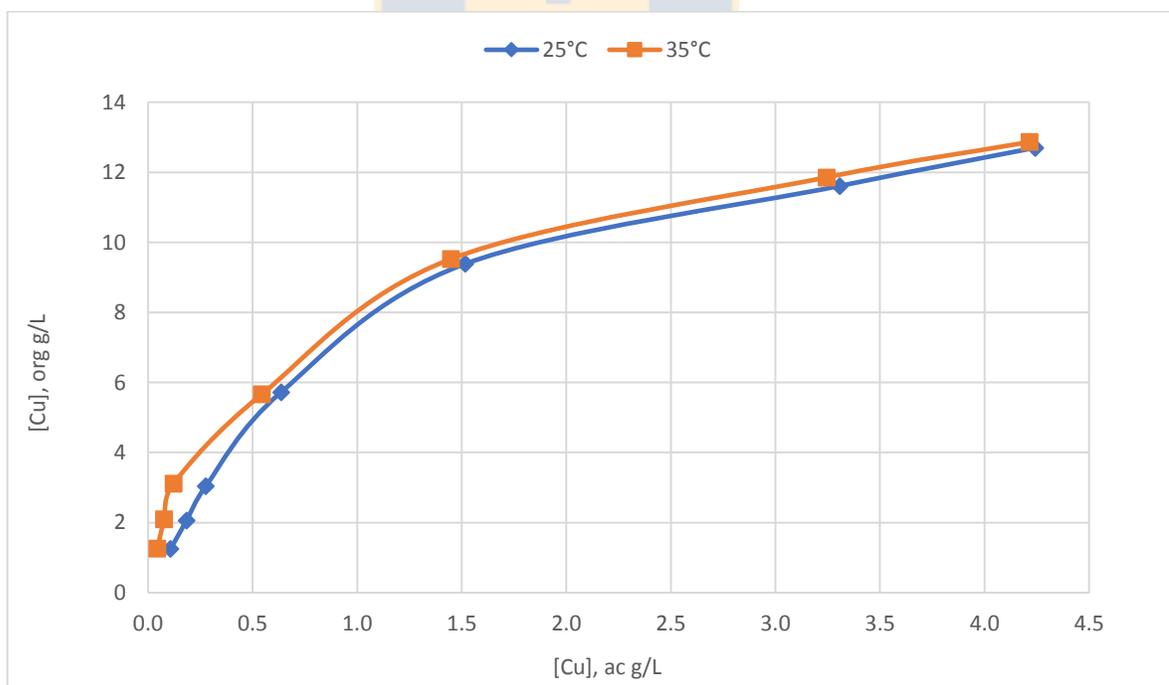
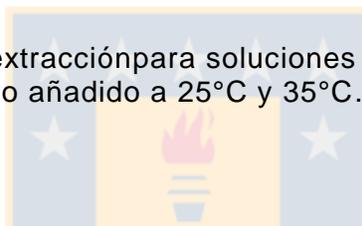


Figura 17. Isothermas de extracción para soluciones preparadas utilizando agua de mar y 91,2 g/L de ion cloruro añadido a 25 y 35°C.

En las figuras se observa que al aumentar temperatura desde 25 hasta 35°C, el cobre extraído aumenta levemente. Para el caso de la isoterma de 91,2 g/L en el cual es más significativo esta diferencia, para la razón O/A 1:1 el porcentaje de extracción a 25°C fue de 90%, y al aumentar la temperatura a 35°C para la misma razón O/A se obtuvo un 91,2% de extracción.

4.3.2 Efecto del ion cloruro en el equilibrio con agua de mar.

En las Figuras 18 y 19, se comparan las isotermas de soluciones acuosas preparadas con agua de mar, obtenidas a distintas concentraciones de ion cloruro a 25 y 35°C respectivamente.

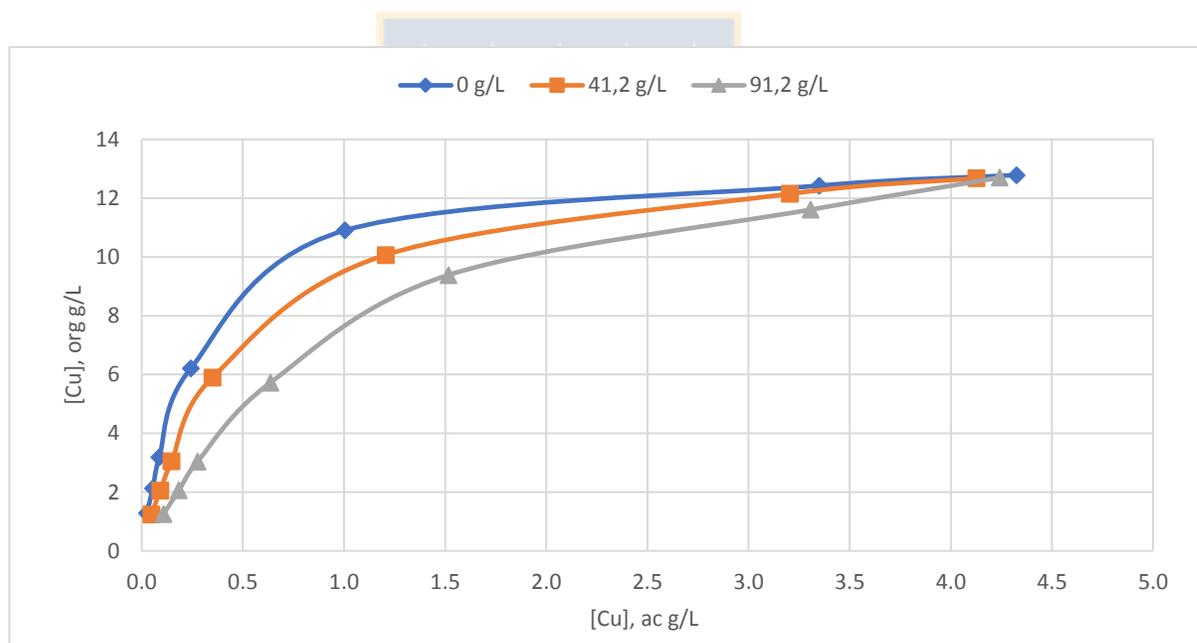


Figura 18. Isotermas de extracción, para soluciones preparadas con agua de mar a 25 °C, con concentraciones de cloruro añadido 0 g/L y 41,2 g/L.

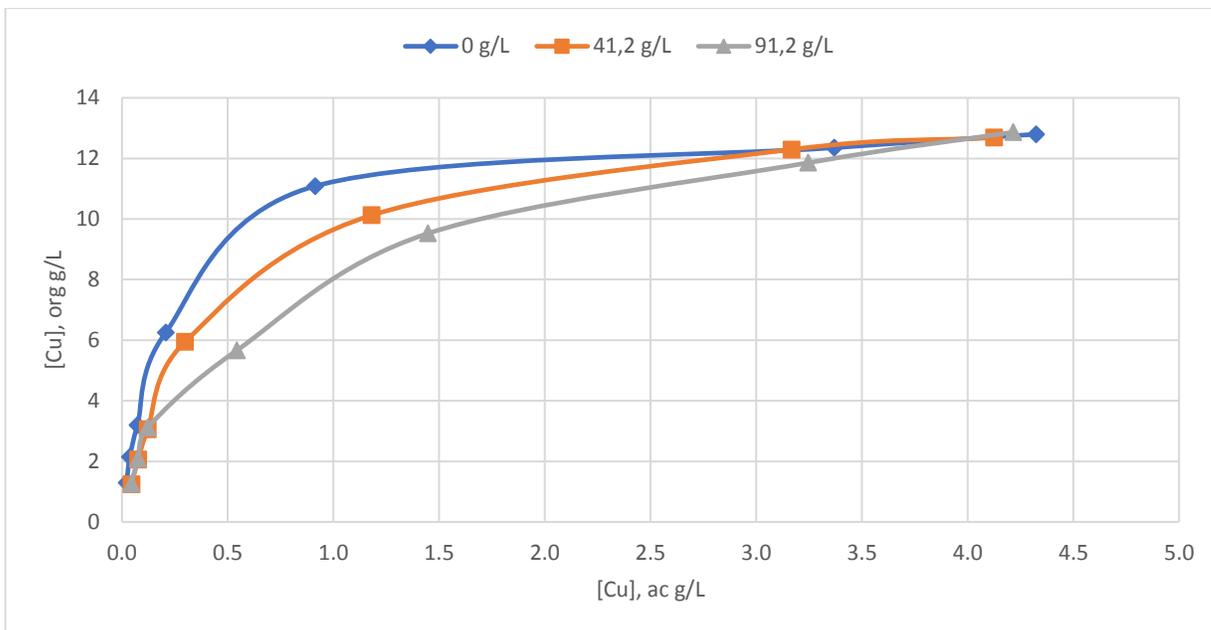


Figura 19. Isotermas de extracción, para soluciones preparadas con agua de mar a 35 °C, con concentraciones de cloruro añadido 0 g/L, 41,2 g/L y 110 g/L.

En las Figuras 18 y 19 se observa que a medida que aumenta la concentración de cloruro en la solución acuosa la fase orgánica extrae menor cantidad de cobre. Para el caso de las isotermas a 25°C, 0 g/L de cloruro añadido y razón O/A 1:1 obtuvimos un 96,2% de extracción de cobre, mientras que para la isoterma de 41,2 g/L de cloruro añadido y razón O/A 1:1 obtuvimos un 94,4% de extracción de cobre.

4.3.3 Comparación entre isotermas obtenidas para soluciones preparadas con agua destilada y con agua de mar.

A continuación, en las Figuras 20 a 25 se presentan isotermas de soluciones acuosas preparadas con agua destilada comparadas con su correspondiente isoterma preparada con agua de mar a 25 y 35°C.

4.3.3.1 Isotermas a 25°C

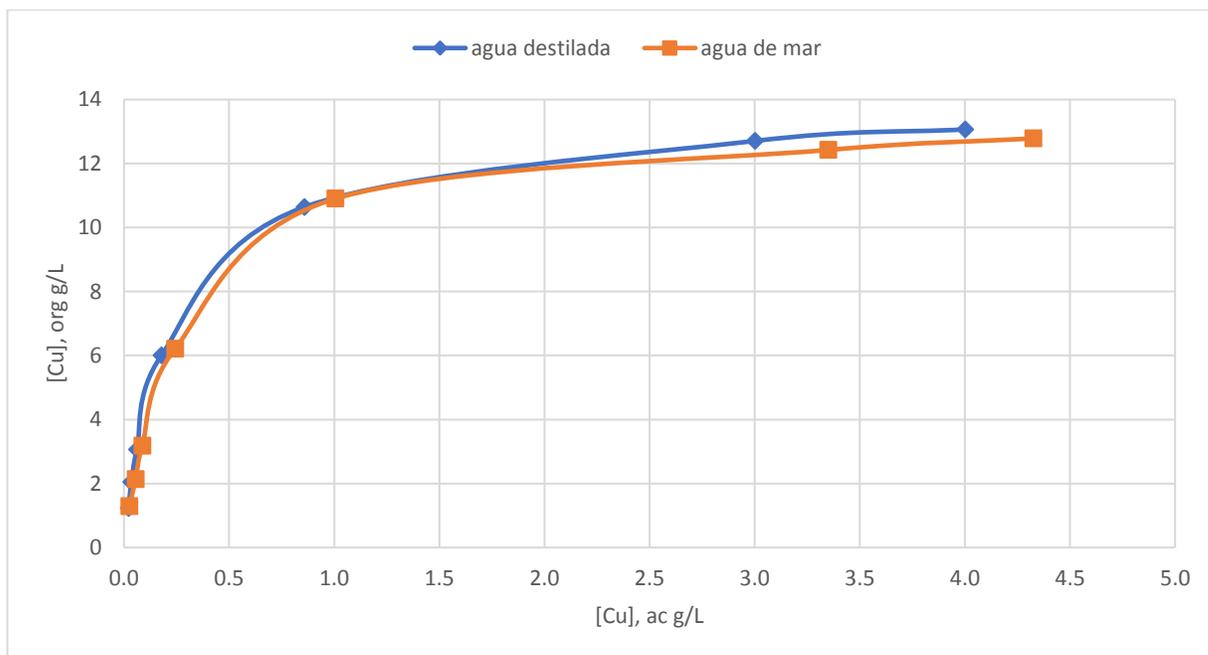


Figura 20. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua destilada sin cloruro y con agua de mar sin cloruro añadido a 25°C.

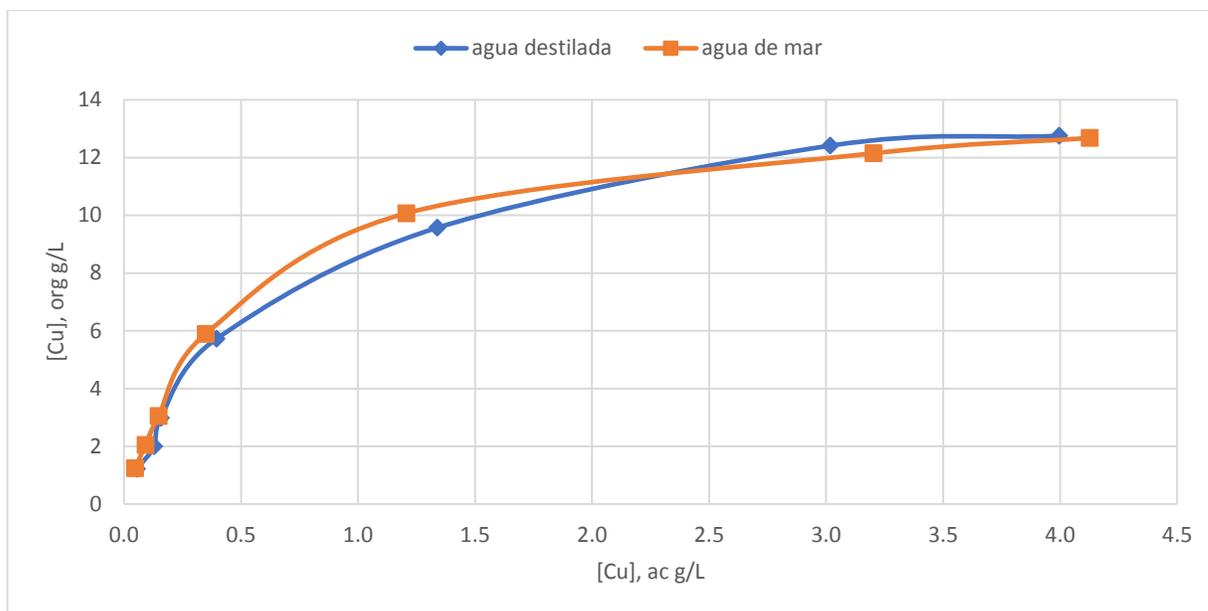


Figura 21. Isotermas de extracción, para soluciones preparadas con agua destilada y agua de mar 60 g/L de ion cloruro a 25°C.

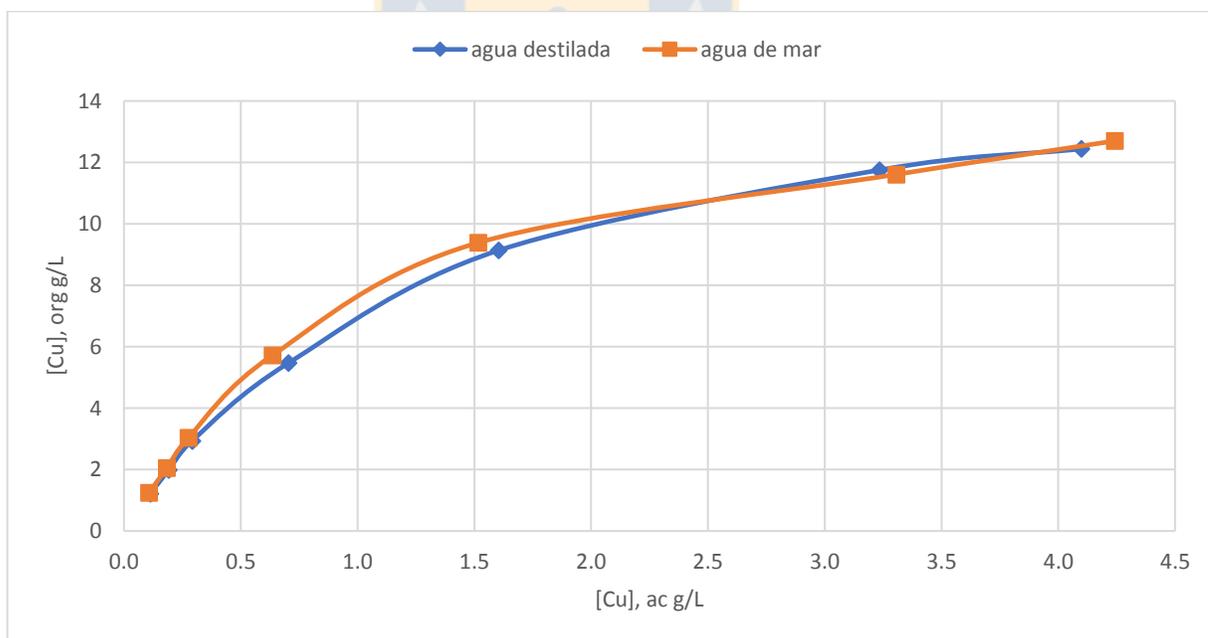


Figura 22. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua destilada y agua de mar 110 g/l de ion cloruro a 25°C.

4.3.3.2 Isotermas a 35 °C

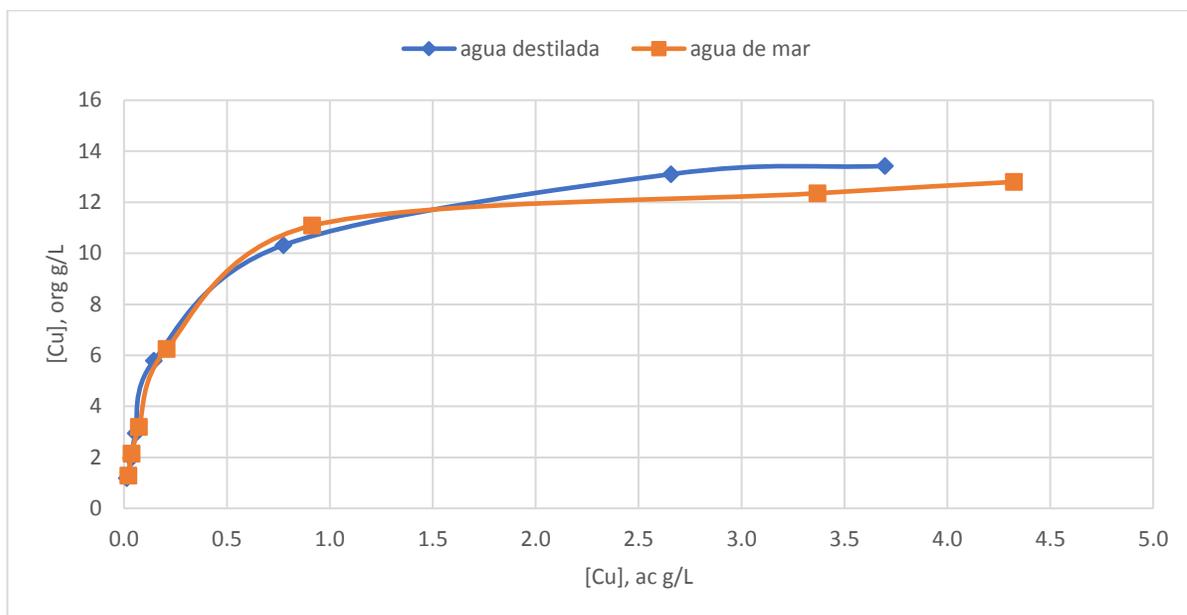


Figura 23. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua destilada sin cloruro y con agua de mar sin cloruro añadido a 35°C

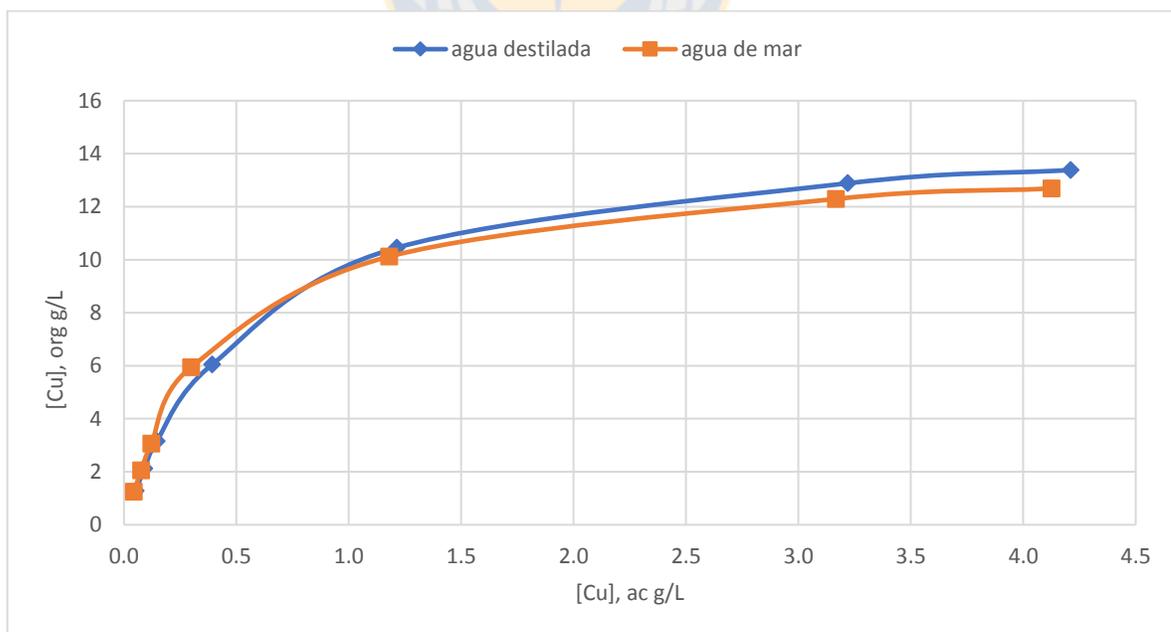


Figura 24. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua destilada y agua de mar 60 g/l de ion cloruro a 35°C.

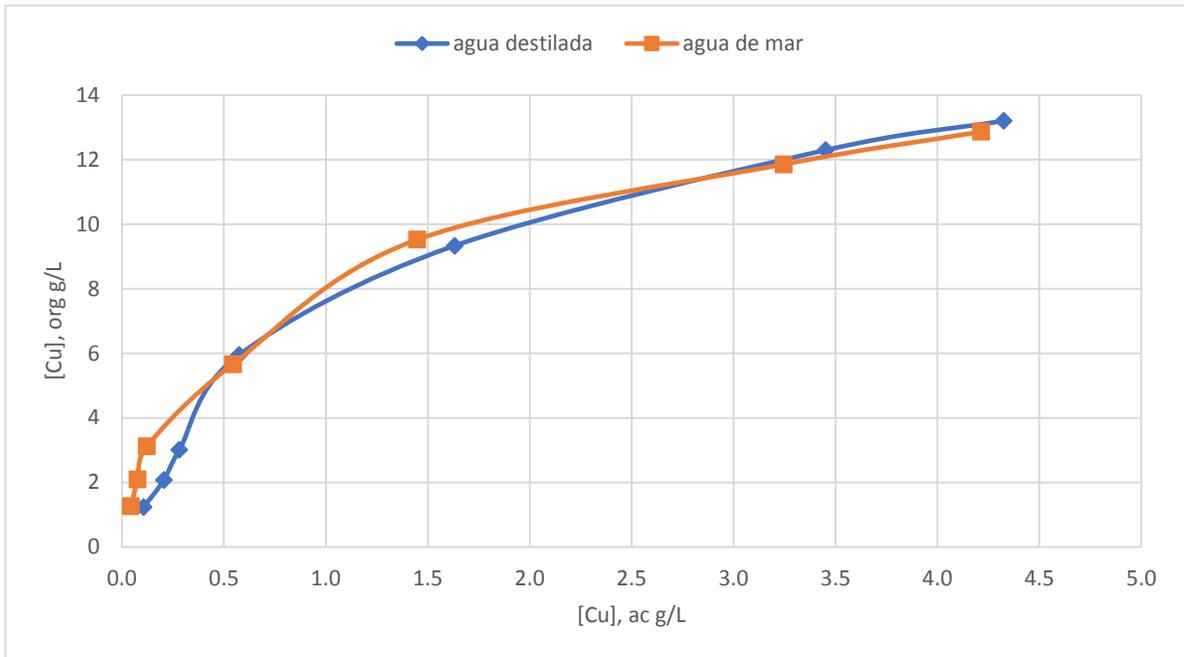


Figura 25. Isotermas de extracción para soluciones preparadas con agua destilada y agua de mar 110 g/L de ion cloruro a 35°C.

De las Figuras 20 a 25 podemos observar que, no existe una diferencia clara entre las isotermas preparadas con agua destilada y las preparadas con agua de mar, para la misma concentración de cloruro a 25°C, podemos ver que para la isoterma de 60 g/L, y razón O/A 1:1 para el caso del agua destilada se obtuvo un 93,5% y para el agua de mar a misma concentración de cloruro y misma razón O/A se obtuvo un 94,4%. Por otro lado, para las isotermas a 35°C, para el caso de 110 g/L de cloruro a una razón O/A 1:1, se obtuvo el mismo porcentaje de extracción, un 91,2%, tanto para el agua destilada como para el agua de mar. Como podemos apreciar para iguales condiciones de concentración de cloruro se obtuvieron resultados distintos al cambiar la razón O/A, pero estas diferencias en el porcentaje de extracción no superan el 5%, por este motivo se propuso un criterio en el que se puede asumir un comportamiento similar entre las isotermas de agua de mar y de agua destilada para las mismas concentraciones de cloruro, siempre que se cumpla que la diferencia entre los porcentajes de extracción no superen un 5% en cada una de las razones O/A.

4.4 Equilibrio de re-extracción.

Lo primero que se hizo, fue obtener la razón O/A necesaria para cargar el orgánico a 10,5 g/L de cobre, correspondiente a aproximadamente 80% de la carga máxima. Esto se hizo simplemente observando los valores de la concentración del orgánico en la sección 7.2.4 en la Tabla 16 (anexos) que muestra las concentraciones de equilibrio obtenidas en las pruebas realizadas a 25°C con 0g/L de cloruro en la fase acuosa. Como puede verse la razón O/A ideal para obtener el valor requerido es de 1:2. Se cargó una cantidad suficiente de orgánico para realizar las pruebas de re-extracción, utilizando el mismo procedimiento usado en las pruebas de extracción. El análisis químico del orgánico cargado a 25°C mostró que la carga de cobre obtenida fue en promedio de 10,4 g/L, acercándose bastante a la carga requerida.

4.4.1. Efecto de la temperatura.

En la Figuras 26 a 28 se muestran las isotermas de re-extracción obtenidas experimentalmente a 25 y 35°C a distintas concentraciones de ácido sulfúrico.

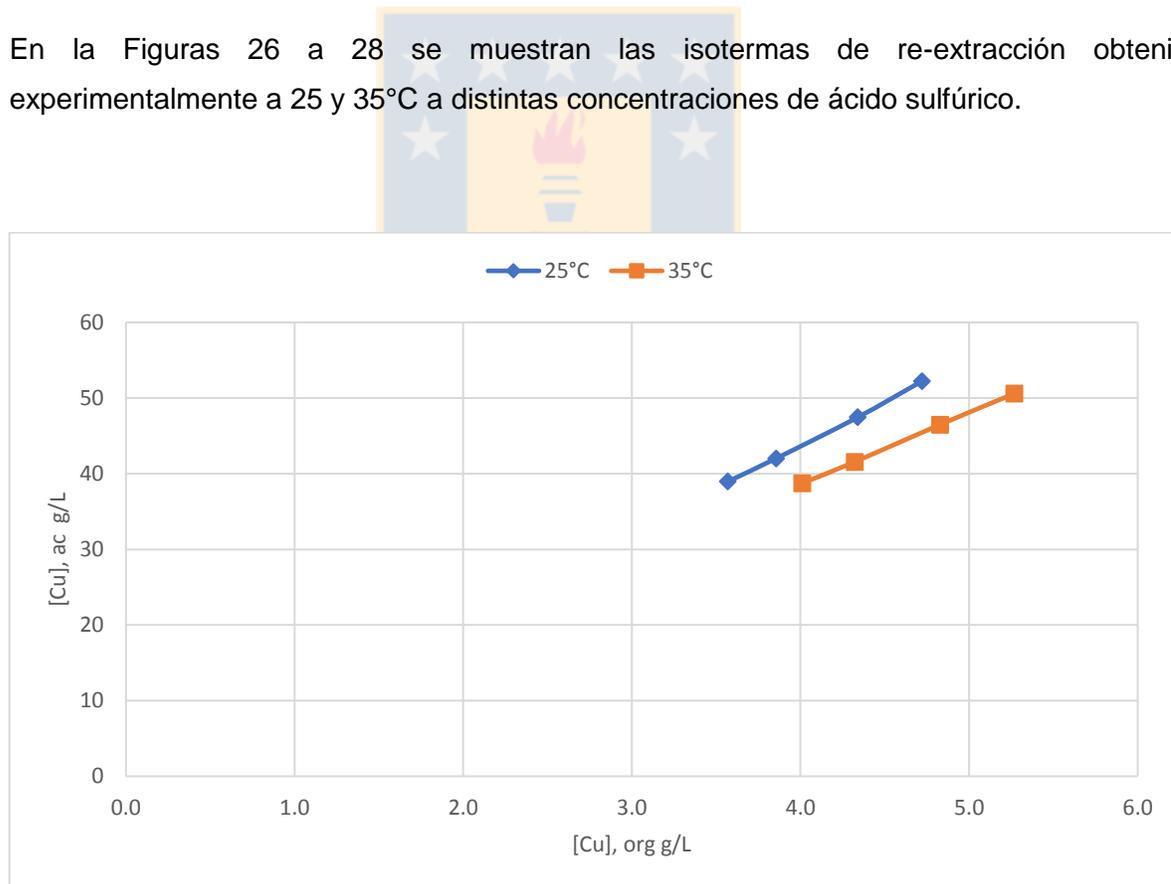


Figura 26. Isotermas de re-extracción, con 180 g/L H₂SO₄ en el electrolito spent, a 25°C y 35°C.

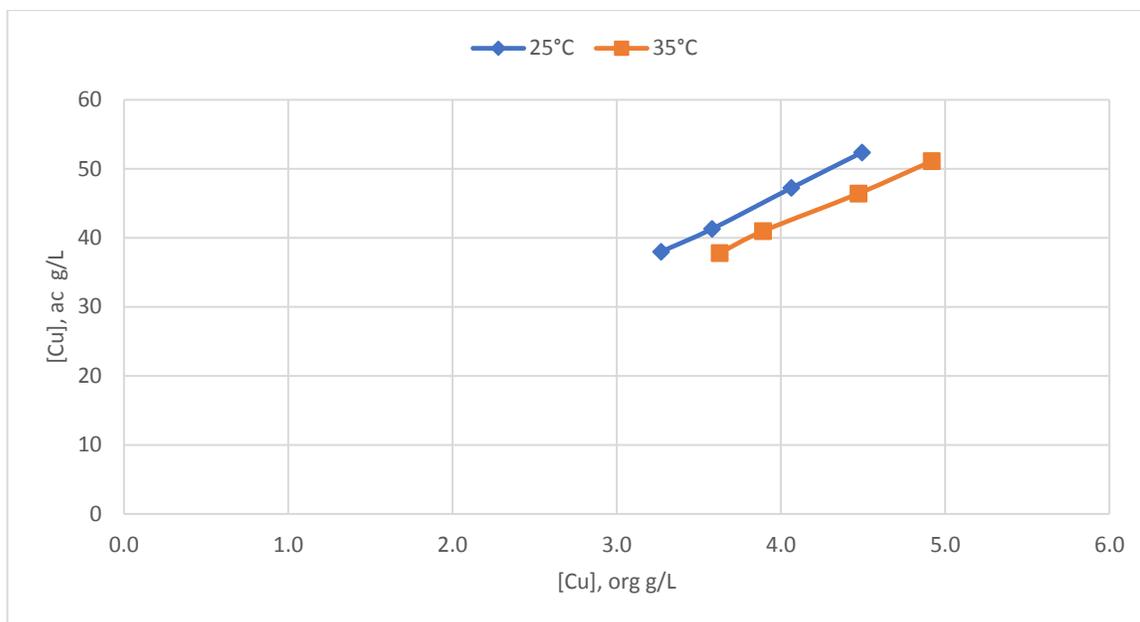


Figura 27. Isothermas de re-extracción 190 g/L H₂SO₄ en el electrolito spenta 25°C y 35°C.

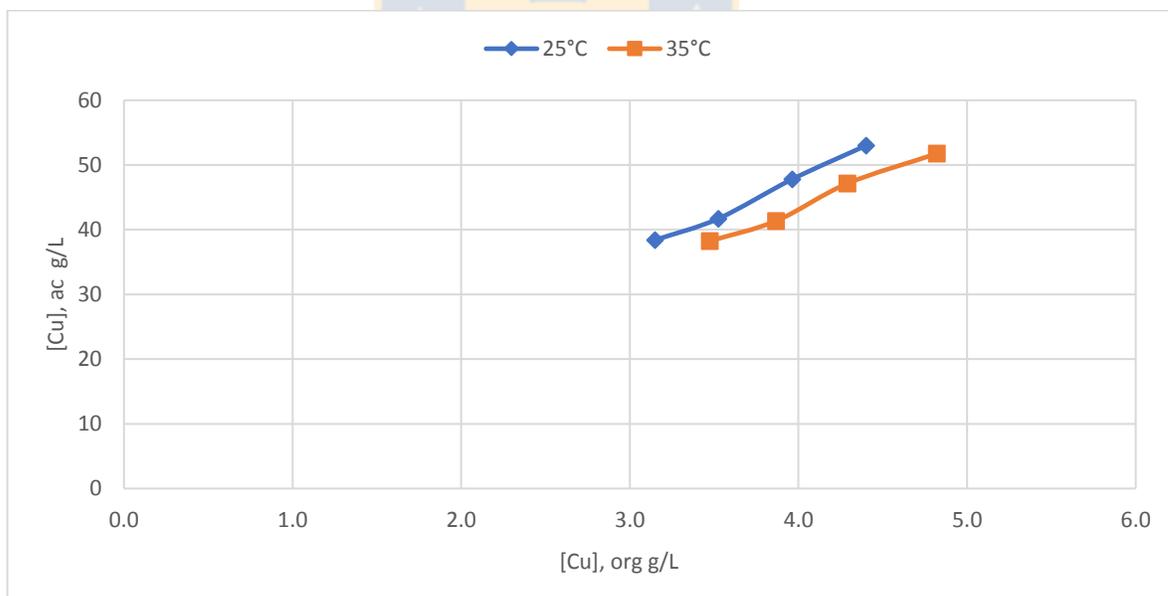


Figura 28. Isothermas de re-extracción, 200 g/L H₂SO₄ en el electrolito spenta 25°C y 35°C.

Se puede observar que las isotermas a ambas temperaturas son aproximadamente paralelas y prácticamente líneas rectas. De la posición de las líneas se puede ver que la temperatura afecta significativamente el proceso de descarga de cobre desde el orgánico. Este efecto era esperable considerando los resultados de las isotermas de extracción, donde el aumento de la temperatura favorecía la carga del orgánico. Debido a que este es el proceso opuesto, ahora el aumento de temperatura debiera tener el efecto contrario en el desplazamiento del equilibrio, lo que queda reflejado en este caso, ya que la curva correspondiente a 25°C es la que aparece a la izquierda, permitiendo una descarga mayor de cobre desde el orgánico. Por ejemplo, para las isotermas de concentración 180 g/L de ácido sulfúrico, para la razón 1:1 al pasar desde 25°C a 35°C pasamos desde un 91,6% hasta un 90,6% respectivamente. Lo antes mencionado concuerda con los resultados obtenidos por *Kordosky et al. 2006*^[5], quienes realizaron una investigación respecto a la etapa de re-extracción, variando distintos parámetros que pueden alterar el equilibrio, entre ellos la temperatura y observaron la misma tendencia, es decir, a menor temperatura el orgánico siempre se descargó más cobre.

4.4.2 Efecto de la concentración de ácido sulfúrico.

Las Figuras 29 y 30 muestran la comparación entre las isotermas de re-extracción a distintas concentraciones de ácido sulfúrico en el electrolito spent, a 25 y 35°C respectivamente.

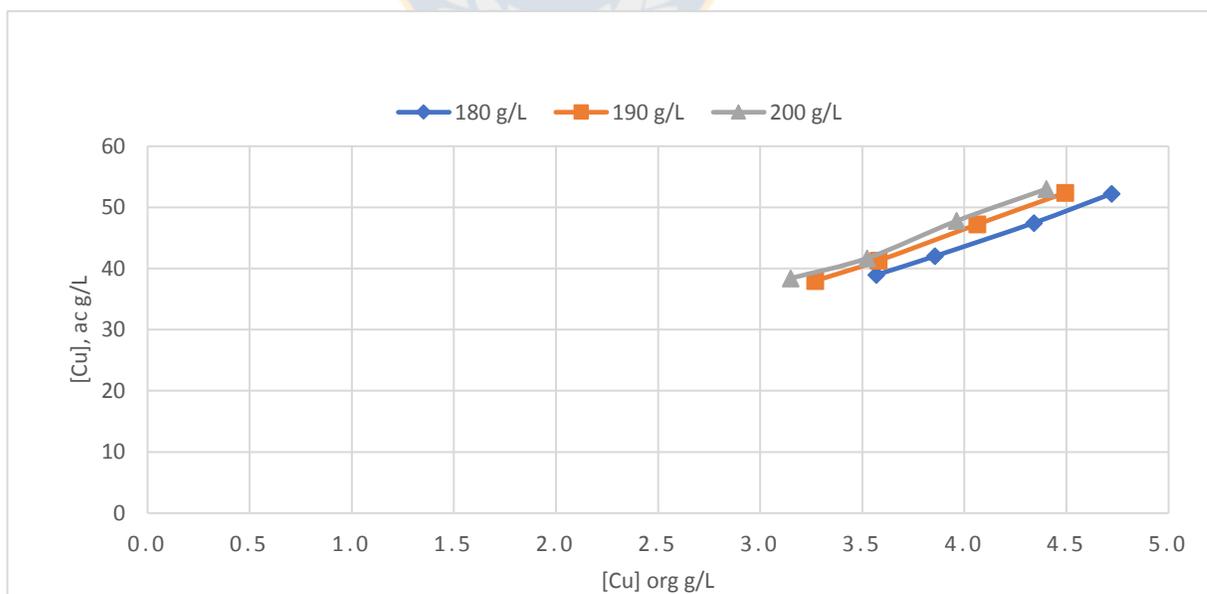


Figura 29. Isotermas de re-extracción a 180 g/L, 190 g/L, 200 g/L de ácido sulfúrico en el electrolito spent a 25°C.

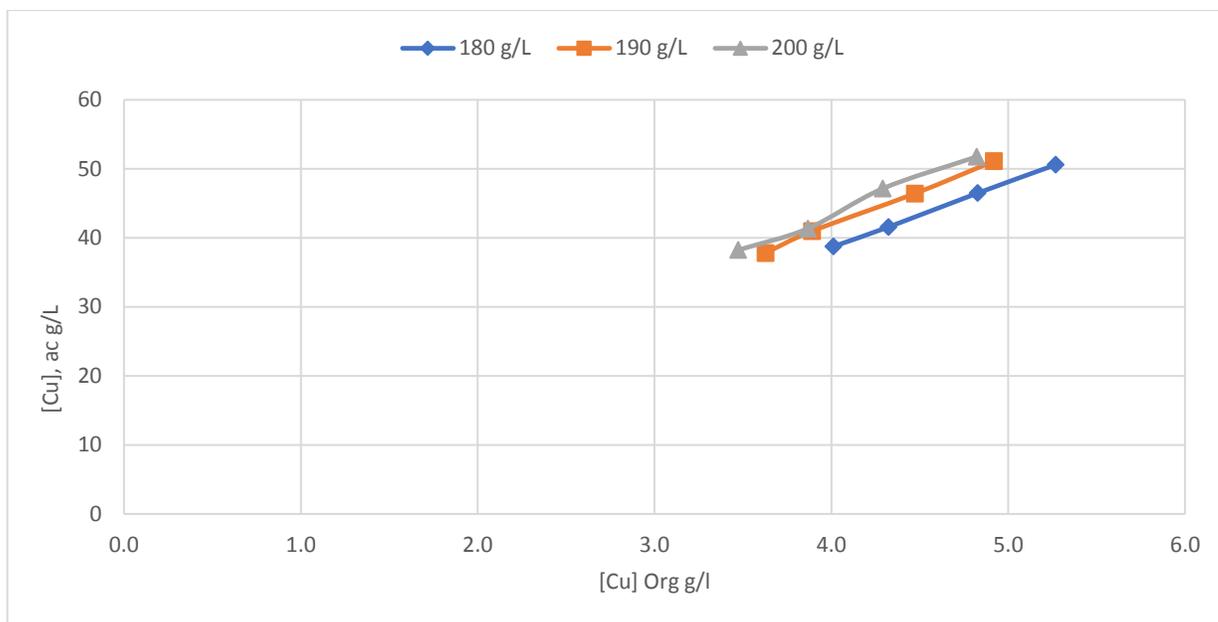


Figura 30. Isotermas de re-extracción a 180 g/L, 190 g/L, 200 g/L de ácido sulfúrico en el electrolito spent a 35°C.

Se puede apreciar de las figuras 29 y 30 que, al aumentar la concentración de ácido sulfúrico, se logra una mejor re-extracción de cobre. Para las isotermas a 25°C y razón O/A 1:1, se obtuvo para las concentraciones de ácido sulfúrico de 180 g/L un 91,6% de re-extracción y al aumentar a 190 g/L se obtuvo un 92% de re-extracción. Esto concuerda con los resultados obtenidos por *Kordosky et al.* 2006^[5], en donde se estudió el efecto de la concentración del ácido sulfúrico en la re-extracción, y los resultados siempre mostraron un aumento de la re-extracción al aumentar la concentración de ácidosulfúrico. Estos resultados también concuerdan con la investigación de *Reddy y Priya*, 2005^[11], que investigaron el efecto de la concentración del ácido sulfúrico en la re-extracción, y obtuvieron resultados similares.

4.5 Separación de fases en extracción.

Las experiencias realizadas para el estudio de la separación de fases de extracción, se llevaron a cabo en forma discontinua (batch) y en continuidad orgánica tal como se describió en la sección 3.4.3, midiendo la variación de la altura de la fase acuosa en el tiempo transcurrido desde que se suspende la agitación, mediante el programa Labview.

4.5.1 Propiedades físicas de las fases.

A continuación, en las Tablas 8, 9, 10 y 11 se presentan los resultados de las mediciones de las propiedades físicas de las fases antes y después del contacto.

Tabla 8. Densidad y viscosidad de soluciones acuosas estudiadas

Solución acuosa (g/L) ion cloruro	Temperatura(° C)	Densidad (g/ cm ³)	Viscosidad (mPa s)
Después. 0 g/L	25	1,021	1,13
Después. 0 g/L	35	1,019	0,97
Después.60 g/L	25	1,088	1,21
Después.60 g/L	35	1,086	1,06
Después.60 g/L a.m.	25	1,090	1,23
Después.60 g/L a.m.	35	1,088	1,07
Antes. 0 g/L	25	1,031	1,15
Antes. 0 g/L	35	1,027	1,02
Antes. 60 g/L	25	1,094	1,27
Antes. 60 g/L	35	1,090	1,08
Antes. 60 g/L a.m.	25	1,096	1,32
Antes. 60 g/L a.m.	35	1,092	1,13

a.m.: agua de mar

Tabla 9. Densidad y viscosidad de soluciones orgánicas estudiadas.

Solución orgánica (g/L) ion cloruro	Temperatura(°C)	Densidad (g/ cm ³)	Viscosidad (mPa s)
0 g/L	25	0,831	3,66
0 g/L	35	0,825	2,96
60 g/L	25	0,831	3,68
60 g/L	35	0,825	2,99
60 g/L agua de mar	25	0,831	3,69
60 g/L agua de mar	35	0,825	3,02
Orgánico inicial g/L	25	0,825	3,64
Orgánico inicial g/L	35	0,818	2,97

Tabla 10 Tensión superficial/interfacial de las soluciones estudiadas a 25°C

Soluciones iniciales 25°C	Tensión superficial/ interfacial (mN/m)	Soluciones después del contacto 25°C	Tensión superficial/ interfacial (mN/m)
0 g/L	62	0 g/L	60,5
60 g/L	71	60 g/L	60,6
60 g/L a.m.	74	60 g/L a.m.	60,7
Orgánico	28	Orgánico 0 g/L	27
Interfaz O/A 0 g/L	17	Orgánico 60 g/L	27
Interfaz O/A 60g/L	18,3	Orgánico 60 g/La.m	28
Interfaz O/A 60 g/L a.m.	18,5	Interfaz O/A 0 g/L	16,5
		Interfaz O/A 60 g/L	18
		Interfaz O/A 60 g/L a.m.	18,6

a.m.: agua de mar

Tabla 11 Tensión superficial/interfacial de las soluciones estudiadas a 35°C

Soluciones después del contacto 35 °C	Tensión superficial/ interfacial (mN/m)
0 g/L	60
60 g/L	60,3
60 g/L a.m.	60,9
Orgánico 0 g/L	27,3
Orgánico 60 g/L	27,4
Orgánico 60 g/L a.m.	28
Interfaz O/A 0 g/L	16,4
Interfaz O/A 60 g/L	18
Interfaz O/A 60 g/L a.m.	18,6

a.m.: agua de mar



4.5.2 Efecto de la temperatura en la separación de fases

En las Figuras 31 a 33 se muestra la separación de fases en extracción de soluciones acuosas de distintas concentraciones de cloruro preparadas con agua de mar o agua destilada a 25 y 35°C.

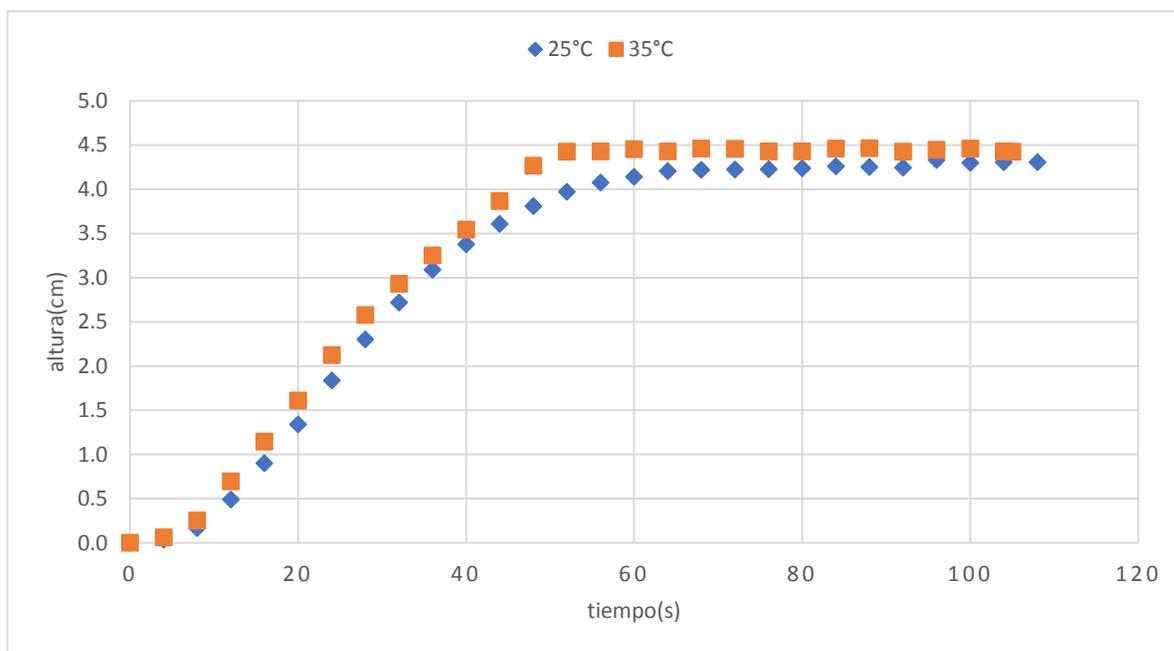


Figura 31. Separación de fases para la solución preparada con agua destilada y 0 g/L de ion cloruro a 25 y 35°C.

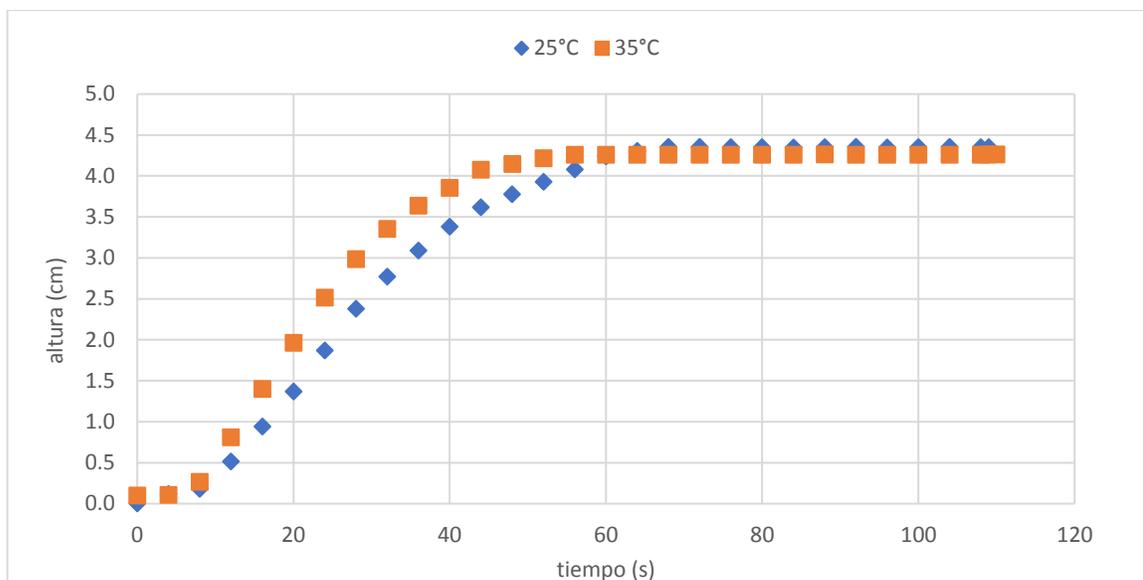


Figura 32. Separación de fases para la solución preparada con agua destilada y 60 g/L de ion cloruro a 25 y 35°C.

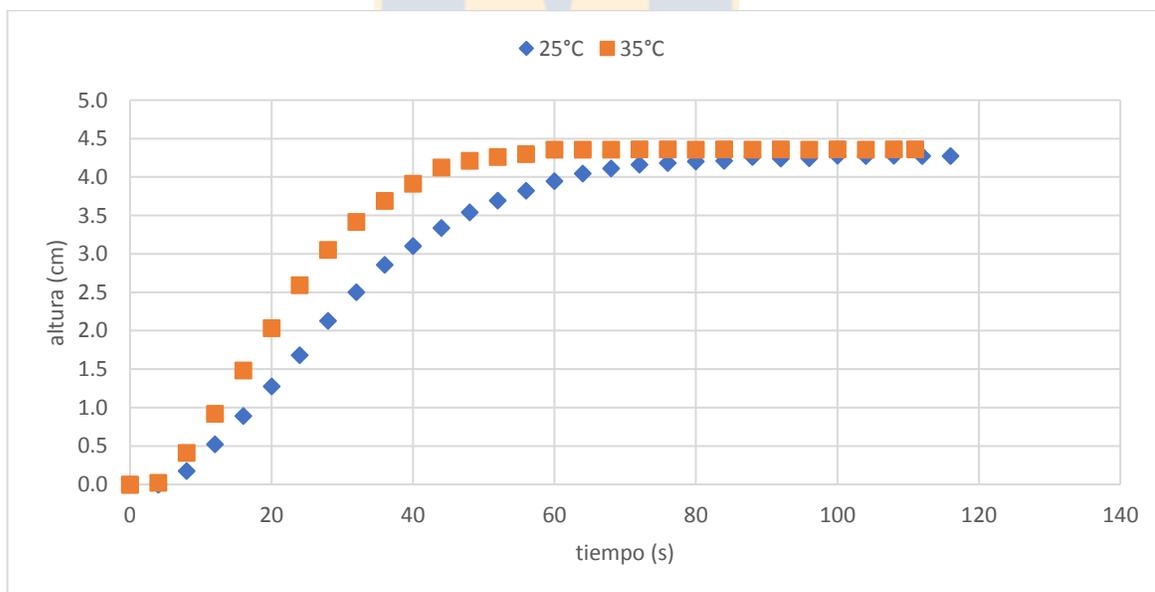


Figura 33. Separación de fases para la solución preparada con agua de mar y 60 g/L ion cloruro a 25 y 35°C.

Como se puede apreciar en las Figuras 32 a 34 el incremento de la temperatura tiene un efecto positivo en el tiempo de separación de fases, por ejemplo, para el caso sin cloruro el tiempo de separación de fases se reduce de 64 a 52 segundos. Esto se explica por la disminución de la viscosidad y de la densidad de las soluciones al aumentar la temperatura. Lo que concuerda con la investigación de *Hernández et al. 2012*^[10], en donde estudiaron la variación de viscosidad y densidad de soluciones de agua destilada y agua de mar.

4.5.3 Efecto de la concentración de cloruro en la separación de fases

En las figuras 34 y 35 se muestran las comparaciones en la separación de fases a distintas concentraciones de cloruro a 25°C y 35°C respectivamente.

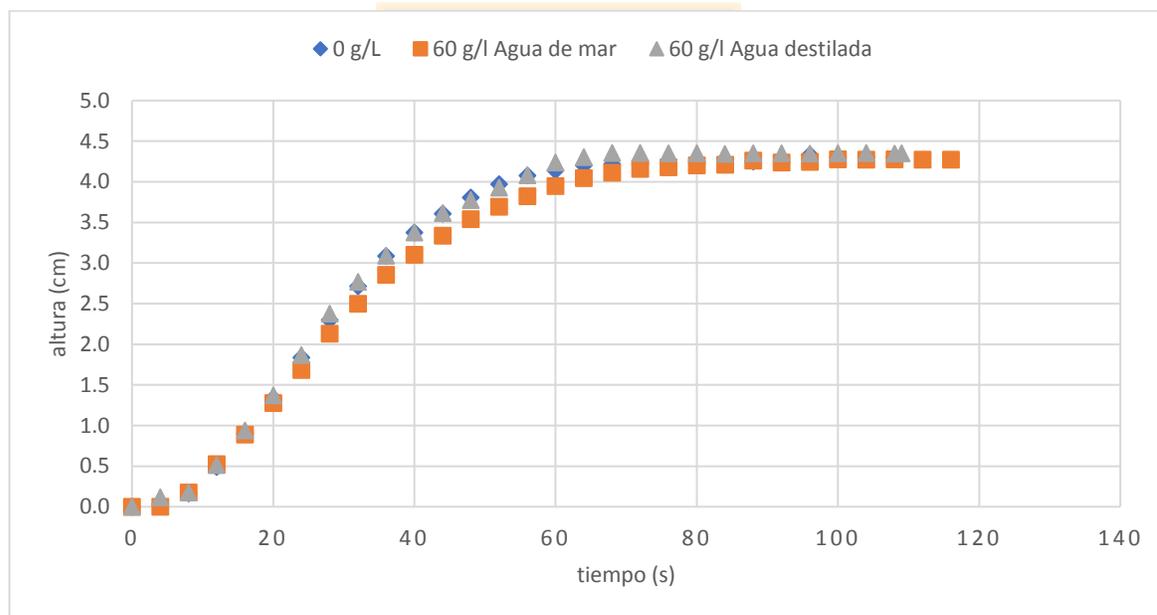


Figura 34. Separación de fases a 25°C, para soluciones preparadas con distintas concentraciones de cloruro y con agua de mar.

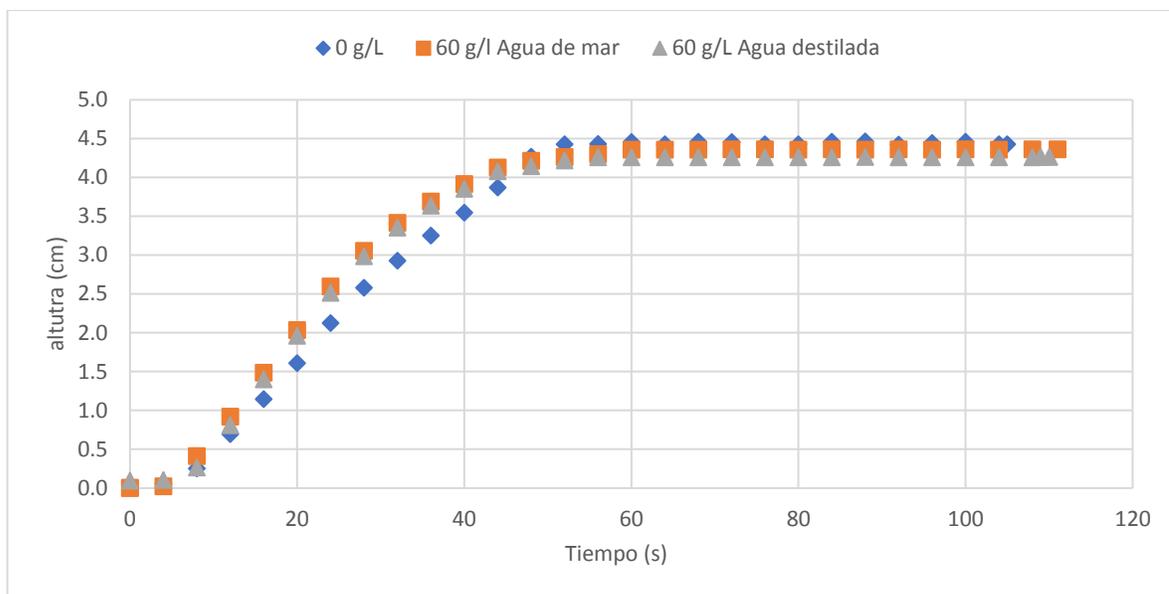


Figura 35. Separación de fases a 35°C para soluciones preparadas con distintas concentraciones de cloruro y con agua de mar.

A continuación, en la Tabla 10 se presentan los tiempos de separación de fases obtenidos para cada prueba a 25 y 35°C.

Tabla 12. tiempo de separación de fases

Solución acuosa (g/L) ion cloruro	Temperatura(°C)	Tiempo de separación de fases(s)
0 g/L	25	64
0 g/L	35	52
60 g/L	25	64
60 g/L	35	56
60 g/L agua de mar	25	68
60 g/L agua de mar	35	60

Se puede apreciar de las Figuras 34 y 35 que a 25°C el aumento en la concentración de cloruro tiene un leve efecto en el tiempo de separación de fases siendo un poco más lento en el caso del agua de mar como se muestra en la Tabla 12. Para los casos a 35°C, se puede apreciar que la concentración de cloruro tiene un mayor efecto en el tiempo de separación de fases. Esto puede explicarse, por la diferencia en los cambios de la viscosidad y densidad producidos por la temperatura, sobre el agua destilada y el agua de mar a distintas concentraciones de cloruro como se muestra en las Tablas 8 y 9.

4.6 Acidez después del contacto.

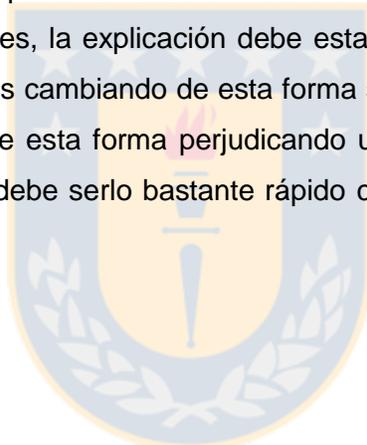
Para profundizar el análisis y buscar causas para la disminución en la extracción de cobre observada en las pruebas de extracción a medida que aumenta la concentración de cloruro en la fase acuosa, se midió el pH de la solución acuosa después de cada contacto, obteniendo los siguientes valores:

Tabla 13. pH soluciones acuosas después del contacto 25°C

Razón O/A	0g/L	60 g/L	110 g/L	0 g/L a.m.	60g/L a.m.	110 g/L a.m.
5/1	0,9	0,6	0,4	0,7	0,7	0,5
3/1	0,9	0,6	0,4	0,8	0,7	0,5
2/1	0,9	0,6	0,4	0,8	0,7	0,5
1/1	0,9	0,7	0,5	0,8	0,7	0,5
1/2	1,0	0,7	0,5	0,9	0,8	0,6
1/4	1,2	0,9	0,7	1,1	1,0	0,8
1/6	1,3	1,1	0,8	1,2	1,2	1,0

a.m.: agua de mar

se observa de estos valores de pH que, a medida que la razón O/A va decreciendo, el pH es cada vez más cercano al valor inicial 2, esto se debe a que al disminuir la extracción la cantidad de protones que se liberan en la solución es menor, generando una solución con un pH más parecido al inicial. Al observar la influencia del cloruro en la solución acuosa, se puede observar del análisis de extracción en la sección 4.2 lo desfavorable que resulta su presencia. A medida que aumenta la concentración de este ion en la solución, más pierde el extractante su capacidad de extracción. Sin embargo, al observar los valores de pH mostrados en la Tabla 13 se puede ver que un aumento en la concentración de cloruro produce una disminución del pH de la solución, lo que debería significar una mejor extracción, esto resulta ser completamente contrario a lo esperado. Entonces se puede inferir que la influencia del ion cloruro en la pérdida de capacidad de extracción, no es solo debido a la disminución de la disponibilidad de Cu^{2+} , si así fuera los pH finales en presencia de cloruro serían mayores respecto al caso sin cloruro en solución. Como no puede haber ingreso adicional de protones, la explicación debe estar en la variación que pudiera ejercer el Cl^- en la actividad de ellos cambiando de esta forma su concentración efectiva, bajando el pH durante la reacción y de esta forma perjudicando una mayor extracción de cobre. Este proceso de cambio de pH debe serlo bastante rápido como para impedir que el extractante siga extrayendo cobre.



5. Conclusiones.

En el caso del estudio de la carga máxima del extractante, se encontró que la presencia de cloruro afectó levemente la carga máxima del LIX 984N disminuyendo la extracción de cobre, en las condiciones estudiadas. Particularmente para la solución PLS sin cloruro, se obtuvo una carga máxima de 14,2 g/L de cobre, mientras que para el caso de 110 g/L de ion cloruro, se obtuvo una carga máxima de 13,9 g/L de cobre. Por esto, podemos concluir que el extractante LIX 984N tiene mejor resultado en su carga máxima con una concentración baja de ion cloruro.

Las pruebas de extracción, mostraron que la presencia de cloruro en la solución acuosa preparadas con agua destilada, perjudica la extracción de cobre. Particularmente comparando las isoterma a 35°C, 0 g/L y 110 g/l de ion cloruro, en la razón O/A 1:1 el porcentaje de extracción disminuye de un 97,6% a un 91,2%.

Se encontró que un aumento en la temperatura de 25°C a 35°C mejora levemente la extracción. Particularmente para la isoterma de 60 g/L de ion cloruro a una razón O/A 1:1, al incrementar la temperatura de 25 a 35°C se obtuvo un aumento del porcentaje de extracción de 93,5% a un 93,9%.

Por lo antes mencionado, se puede decir, que el extractante LIX 984N tiene una mejor eficiencia de extracción en medio cloruro a medida que aumenta la temperatura y una menor extracción de cobre a medida que aumenta la concentración de ion cloruro.

Del análisis de pH después del contacto se puede concluir que la adición de Cl^- a la solución podría producir una variación de la actividad de los protones cambiando de esta forma su concentración efectiva, bajando el pH durante la reacción y de esta forma perjudicando una mayor extracción de cobre.

Para las pruebas de extracción con agua de mar, se obtuvo que un aumento en la temperatura mejora levemente la extracción de cobre y, por el contrario, la adición de cloruro a la solución perjudica el proceso de extracción. Comparando las isoterma a 25°C con un aumento de concentración de 0 g/L a 41,2 g/L de ion cloruro añadido a una razón O/A 1:1 se obtuvo una disminución del porcentaje de extracción de 96,2% a un 94,4%.

Para el caso del aumento de temperatura de 25 a 35°C la isoterma de 91,2 g/L, para la razón O/A 1:1 el porcentaje de extracción aumenta de 90% a 91,2%. Podemos concluir de lo anterior, que el efecto del ion cloruro en soluciones preparadas con agua de mar es

perjudicial para la extracción de cobre, pero tiene mejores resultados a una mayor temperatura.

En cuanto a la comparación entre las isotermas preparadas con agua destilada y con agua de mar, se obtuvieron resultados distintos al variar la razón O/A. Pero estas diferencias en el porcentaje de extracción no superan el 5%, por este motivo, se puede concluir que la extracción de cobre en soluciones preparadas con agua destilada tiene un comportamiento similar a la extracción en soluciones preparadas con agua de mar para la misma concentración de ion cloruro. Esto demuestra la importancia que tiene el ion cloruro con respecto al resto de los iones que están contenidos en el agua de mar.

En cuanto a las pruebas de re-extracción, particularmente para las isotermas de concentración 180 g/L de ácido sulfúrico, a razón O/A 1:1 al pasar desde 25°C a 35°C aumentamos el porcentaje de extracción desde un 91,6% hasta un 90,6% respectivamente. Para las isotermas a 25°C y razón O/A 1:1, se obtuvo para las concentraciones de ácido sulfúrico de 180 g/L un 91,6% de re-extracción y al aumentar a 190 g/L se obtuvo un 92% de re-extracción. Podemos concluir de lo anterior, que el extractante utilizado tiene mejores resultados en re-extracción de cobre a medida que disminuye la temperatura y a medida que aumenta la concentración de ácido en el electrolito spent.

El tiempo de separación de fases se ve levemente perjudicado con la adición de cloruro en cambio se ve favorecido por el aumento de temperatura. Al pasar de 25°C a 35°C, para el caso sin cloruro el tiempo de separación de fases se reduce de 64 a 52(s) respectivamente. Para los casos de las pruebas a 35°C al aumentar la concentración de cloruro de 0 g/L a 60 g/L se aprecia un aumento en el tiempo de separación de fases de 52 a 56(s) respectivamente. Podemos concluir de lo anterior, que la presencia del ion cloruro y del agua de mar afecta el tiempo de separación de fases debido a los cambios en las propiedades físicas tales como la densidad, viscosidad y tensión interfacial.

6. Bibliografía

- [1]. Castillo Segura, J., Biela Cornejo, F., & Navarro Donoso, P. (2012). Estudio de separación de fases en sistemas liquido-liquido usando LIX 984N en fase orgánica. *Revista de Metalurgia*, 107-117.
- [2]. Castillo, J. (2012). *Separación de fases en un sistema liquido/líquido para extracción por solventes de cobre*. Santiago.
- [3]. Cognis. (2008). *Reactivos de Extracción por Solvente y sus Aplicaciones*. Santiago de Chile.
- [4]. Domic, E. (2005). *Hidrometalurgia: fundamentos, procesos y aplicaciones*. Santiago de Chile.
- [5]. Kordosky, G., Virnig, M., & Boley, B. (2006). Equilibrium Copper Strip Points as a Function of Temperature and Other Operating Parameters: Implications for Commercial Copper Solvent Extraction Plants. *Tsinghua Science and Technology*, 160-164.
- [6]. M.C. Ruiz, P. Lermada, R. Padilla. (2002). Drop size distribution in a batch mixer under breakage conditions. *Hydrometallurgy* 63. 65– 74
- [7]. Navarro, C. M., & Ruiz, M. C. (2001). Extracción de cobre desde soluciones clorhídricas con LIX 860N-IC y LIX 84-IC. *Revista Metalurgia*, 483-491.
- [8]. Navarro, D., Jara M., S., & Castillo S., J. (2013). Problemas en la separación de fases en extracción por solvente cobre. *remetalica*, 6-10.
- [9]. N.B. Devi and B. Nayak (2014). Liquid-liquid extraction and separation of copper(II) and nickel(II) using LIX®984N. *The Journal of The Southern African Institute of Mining and Metallurgy*.
- [10]. Pía C. Hernández, Héctor R. Galleguillos, Teófilo A. Graber, Elsa K. Flores, and María E. Taboada. (2012) Effect of Seawater on the Solubility and Physicochemical Properties of Acidic Copper Sulfate Solutions. *Journal of Chemical & Engineering Data*

- [11]. Reddy, B. R., & Priya, D. N. (2005). Process development for the separation of copper(II), nickel(II) and zinc(II) from sulphate solutions by solvent extraction using LIX 84 I. *Separation and Purification Technology*, 163-167.
- [12]. Reddy, B. R., Ho Park, K., & Mohapatra, D. (2007). Process development for the separation and recovery of copper from sulphate leach liquors of synthetic Cu-Ni-Co-Fe matte using LIX 84 and LIX 973N. *Hydrometallurgy*, 51-57.
- [13]. Ruiz, M. C. (2013). *Tecnología de purificación de soluciones: Extracción por solventes*. Concepción: Universidad de Concepción.
- [14]. Symanowski, J. (1993). *Hydroxyoximes and Copper*. C.R.C. Press.



7. ANEXOS

7.1 Masa de los reactivos

Las concentraciones a utilizar son:

- 6 g/L agregado como $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$
- 5 g/L agregado como $\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$
- 2 g/L agregado como $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$
- 0-60-110 de g/L de Cl como NaCl.

Tabla 14. Masas utilizadas en la solución acuosa.

Compuesto	Peso Molecular (g/mol)	Masa (g) para 1L
$\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$	249,687	23,575
$\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$	278,022	24,892
$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$	399,885	7,161
NaCl 0 g/L	58,443	0
NaCl 60 g/L	58,443	98,908
NaCl 110 g/L	58,443	181,331

7.2 Resumen de resultados

7.2.1 Descarga del orgánico

Debido a la imposibilidad de analizar directamente el orgánico, se procedió a tomar una alícuota conocida, la cual se descargó con ácido sulfúrico a 180 g/L tal como se describió en la sección 3.4.5. Los valores para cobre y/o hierro contenidos en el orgánico se obtiene mediante:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

Donde:

C1 es la concentración obtenida de la solución resultante por la descarga con ácido, enrasada a un volumen conocido.

V1 es el volumen conocido al cual se enrasó después de cada contacto

V2 es el volumen de la alícuota de orgánico de interés.

C2 es la concentración de la fase orgánica buscada.

7.2.2 Determinación de la concentración de Hierro.

Los resultados mostrados en la tabla se obtuvieron desde las pruebas de extracción y fueron obtenidos descargando el orgánico de las razones O/A (1/1, 1/4 Y 1/6) con ácido sulfúrico 180 g/L a razón, cuyo volumen resultante de la solución ácida fue enrasada a 25mL.

Tabla 15. Extracción de Fe, para cada caso de concentración de cloruro a 25°C.

Razón O/A	[Cl-] aq, g/L	[Fe] org, ppm	[Cu]aq, g/L
1/4	0	7	12,7
1/6	0	7	13,1
1/4	60	10	12,4
1/6	60	12	12,8
1/4	110	11	11,8
1/6	110	12	13,2

7.2.3 Pruebas carga máxima del extractante

Los resultados mostrados fueron obtenidos con alícuotas de 20 ml enrasados a 100 ml.

Tabla 16. Resultados pruebas carga máxima del extractante a 0,60,110 g/L de ion cloruro en la solución acuosa.

Muestras	[Cu] (mg/L)	Carga máxima [Cu]org(mg/L)
Cabeza 0 g/L	6171	
Cabeza 60 g/L	6017	
Cabeza 110 g/L	6176	
Org 0 g/L	2845	14224
Org 60 g/L	2793	13966
Org 110 g/L	2783	13914

7.2.4 Isotermas de extracción

Los resultados fueron obtenidos con alícuotas de 20mL y enrasados a 100 mL.

Tabla 17. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 25°C y 0 g/L de Cloruro en la fase acuosa.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu] ac (g/L)	[Cu]org (g/L)
5/1	22	0,022	1,231
3/1	35	0,035	2,048
2/1	61	0,061	3,059
1/1	178	0,178	6,001
1/2	858	0,858	10,643
1/4	3177	3,002	12,709
1/6	3267	4,001	13,067

Tabla 18. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 35°C y 0 g/L de Cloruro en la fase acuosa

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu] ac (g/L)	[Cu]org (g/L)
5/1	14	0,014	1,1838
3/1	35	0,035	1,966
2/1	56	0,056	2,9385
1/1	145	0,145	5,788
1/2	774	0,774	10,318
1/4	2620	2,658	13,101
1/6	2013	3,696	13,421

Tabla 19. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 25°C y 60 g/L de Cloruro en la fase acuosa.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu] ac (g/L)	[Cu]org (g/L)
5/1	55	0,055	1,213
3/1	129	0,129	1,997
2/1	157	0,157	2,982
1/1	396	0,396	5,725
1/2	1338	1,338	9,565
1/4	3103	3,018	12,412
1/6	3188	3,995	12,754

Tabla 20. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 35°C y 60 g/L de Cloruro en la fase acuosa.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu] ac (g/L)	[Cu]org (g/L)
5/1	52	0,052	1,278
3/1	90	0,090	2,117
2/1	145	0,145	3,148
1/1	392	0,392	6,048
1/2	1214	1,214	10,454
1/4	3221	3,219	12,885
1/6	3346	4,210	13,385

Tabla 21. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 25°C y 110 g/L de Cloruro en la fase acuosa

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu] ac (g/L)	[Cu]org (g/L)
5/1	112	0,112	1,212
3/1	192	0,192	1,994
2/1	292	0,292	2,940
1/1	704	0,704	5,468
1/2	1604	1,604	9,137
1/4	2938	3,234	11,754
1/6	3110	4,099	12,439

Tabla 22. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 35°C y 110 g/L de Cloruro en la fase acuosa

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu] ac (g/L)	[Cu]org (g/L)
5/1	106	0,106	1,238
3/1	205	0,205	2,107
2/1	281	0,281	3,008
1/1	574	0,574	5,951
1/2	1631	1,631	9,334
1/4	3074	3,452	12,295
1/6	3301	4,325	13,204

7.2.4.1 Isotermas de agua de mar.

Tabla 23. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 25°C y 0 g/L de Cloruro añadido.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu] ac (g/L)	[Cu]org (g/L)
5/1	106	0,025	1,286
3/1	205	0,055	2,134
2/1	281	0,087	3,185
1/1	574	0,243	6,213
1/2	1631	1,005	10,903
1/4	3074	3,350	12,426
1/6	3301	4,325	12,785

Tabla 24. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 25°C y 41,2 g/L de Cloruro añadido.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu] ac (g/L)	[Cu]org (g/L)
5/1	106	0,047	1,239
3/1	205	0,091	2,050
2/1	281	0,148	3,046
1/1	574	0,349	5,891
1/2	1631	1,206	10,069
1/4	3074	3,203	12,147
1/6	3301	4,127	12,679

Tabla 25. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 25°C y 91,2 g/L de Cloruro añadido.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu] ac (g/L)	[Cu]org (g/L)
5/1	106	0,107	1,250
3/1	205	0,184	2,058
2/1	281	0,276	3,041
1/1	574	0,636	5,723
1/2	1631	1,516	9,386
1/4	3074	3,307	11,609
1/6	3301	4,242	12,699

Tabla 26. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 35°C y 0 g/L de Cloruro añadido.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu] ac (g/L)	[Cu]org (g/L)
5/1	106	0,022	1,287
3/1	205	0,037	2,140
2/1	281	0,073	3,192
1/1	574	0,207	6,249
1/2	1631	0,914	11,085
1/4	3074	3,368	12,352
1/6	3301	4,323	12,797

Tabla 27. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 35°C y 41,2 g/L de Cloruro añadido.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu] ac (g/L)	[Cu]org (g/L)
5/1	106	0,044	1,239
3/1	205	0,077	2,054
2/1	281	0,122	3,059
1/1	574	0,298	5,942
1/2	1631	1,180	10,121
1/4	3074	3,166	12,294
1/6	3301	4,125	12,688

Tabla 28. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de extracción 35°C y 91,2 g/L de Cloruro añadido.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu] ac (g/L)	[Cu]org (g/L)
5/1	106	0,044	1,263
3/1	205	0,077	2,094
2/1	281	0,122	3,118
1/1	574	0,544	5,665
1/2	1631	1,448	9,523
1/4	3074	3,245	11,855
1/6	3301	4,215	12,864

7.2.5 Isotermas de re-extracción.

Los resultados fueron obtenidos con alícuotas de 25 mL, enrasados a 100 mL.

Tabla 29. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de re-extracción 25°C y 180 g/L de ácido sulfúrico.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu]org (g/L)	[Cu] ac (g/L)
3/1	944	4,72	52,23
2/1	868	4,34	47,46
1/1	771	3,86	42,03
1/2	714	3,57	38,97

Tabla 30. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de re-extracción 35°C y 180 g/L de ácido sulfúrico.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu]org (g/L)	[Cu] ac (g/L)
3/1	1054	5,27	50,59
2/1	965	4,83	46,49
1/1	864	4,32	41,56
1/2	802	4,01	38,75

Tabla 31. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de re-extracción 25°C y 190 g/L de ácido sulfúrico.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu]org (g/L)	[Cu] ac (g/L)
3/1	899	4,49	52,38
2/1	813	4,06	47,23
1/1	716	3,58	41,29
1/2	654	3,27	37,98

Tabla 32. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de re-extracción 35°C y 190 g/L de ácido sulfúrico.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu]org (g/L)	[Cu] ac (g/L)
3/1	949	4,92	51,10
2/1	894	4,47	46,42
1/1	778	3,89	40,97
1/2	725	3,63	37,80

Tabla 33. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de re-extracción 25°C y 200 g/L de ácido sulfúrico.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu]org (g/L)	[Cu] ac (g/L)
3/1	902	4,40	53,00
2/1	793	3,96	47,79
1/1	705	3,52	41,70
1/2	630	3,15	38,40

Tabla 34. Valores obtenidos en las pruebas de Isotermas de re-extracción 35°C y 200 g/L de ácido sulfúrico.

Razón O/A	Muestras (mg/L)	[Cu]org (g/L)	Cu ac (g/L)
3/1	964	4,82	51,75
2/1	858	4,29	47,13
1/1	773	3,87	41,35
1/2	670	3,47	38,24

7.2.6 Separación de fases

A continuación, se presentará el detalle de las mediciones de alturas de la fase acuosa, obtenidas mediante análisis de imagen por el programa Labview. En cada uno de los casos, se aplicó un método gráfico para obtener el tiempo de separación de fases, trazando una línea de tendencia recta en el límite superior de los datos mostrados en el gráfico (altura máxima), alcanzando el tiempo de separación en el último punto perteneciente a la recta. Después de cada figura se puede encontrar tablas con el detalle de los datos entregados por el programa y el tiempo de separación de fases.

- Prueba a 25°C y 0 g/L de ion cloruro se obtuvo un tiempo de separación de fases de 64 segundos.

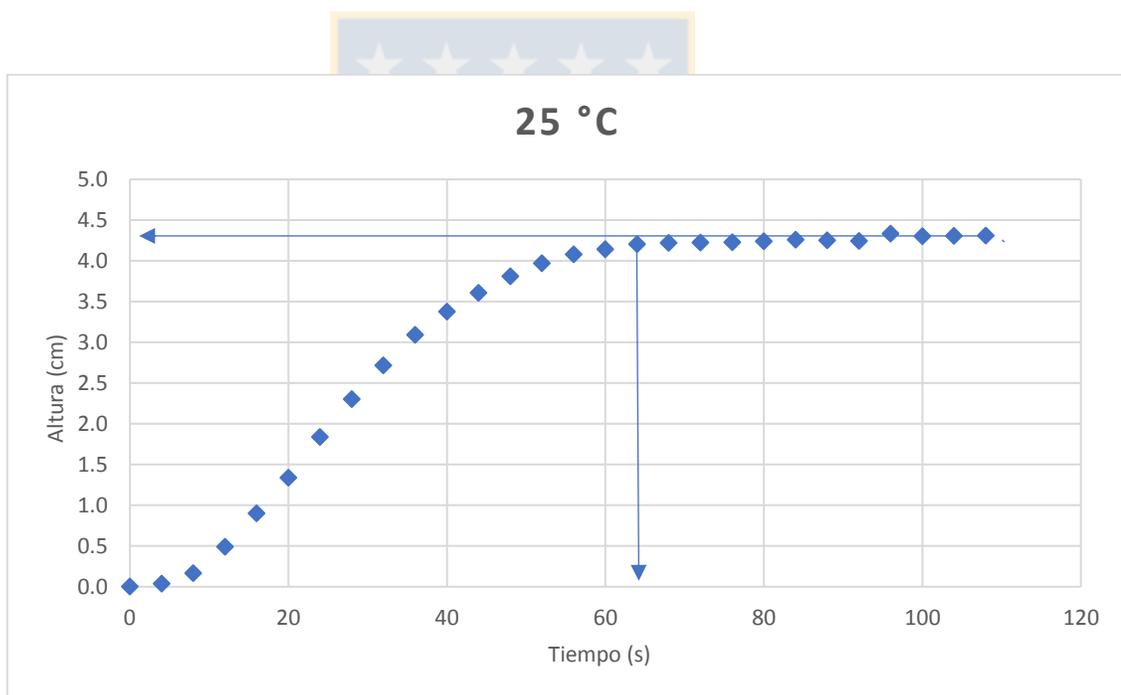


Figura 36. Tiempo de separación de fases, 0 g/L de ion cloruro 25°C.

Tabla 35. Datos separación de fases a 25°C y 0 g/L de ion cloruro

Tiempo (s)	Altura(cm)	Tiempo (s)	Altura(cm)
108,002	4,307	52,002	3,971
104,002	4,304	48,002	3,81
100,002	4,3	44,002	3,607
96,002	4,331	40,002	3,376
92,002	4,243	36,002	3,089
88,002	4,252	32,002	2,717
84,002	4,259	28,002	2,301
80,002	4,238	24,002	1,838
76,002	4,226	20,002	1,338
72,002	4,224	16,002	0,901
68,002	4,219	12,002	0,491
64,002	4,205	8,002	0,166
60,002	4,141	4,002	0,036
56,002	4,077	0,002	0

- Prueba 0 g/L a de ion cloruro y 35°C se obtuvo un tiempo de separación de fases de 52 segundos.

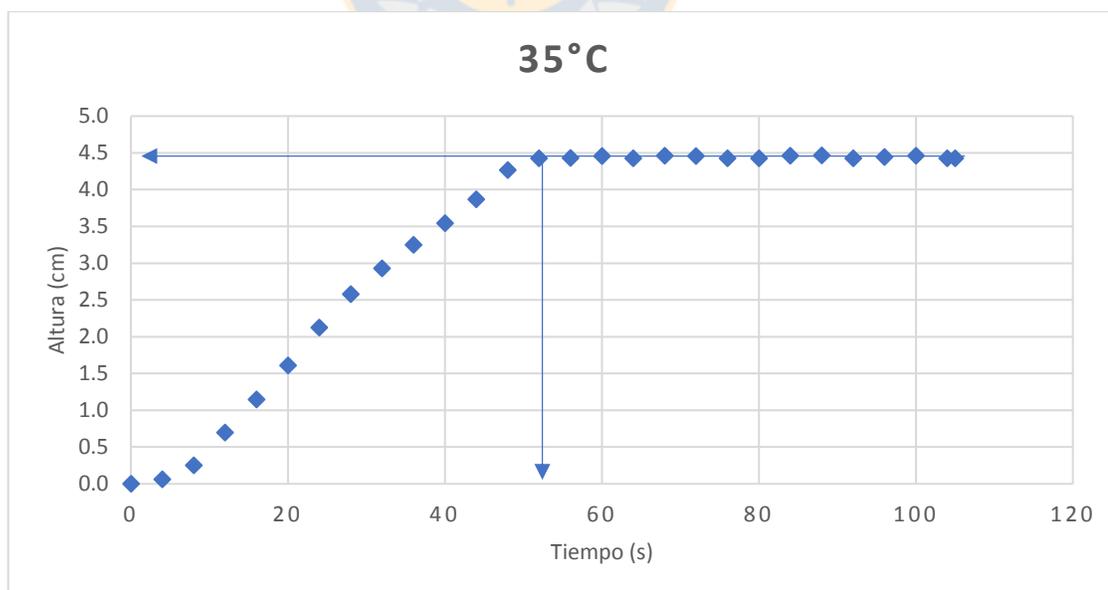


Figura 37. Tiempo de separación de fases, 0 g/L de ion cloruro, 35°C.

Tabla 36. Datos separación de fases a 35°C y 0 g/L de ion cloruro

Tiempo (s)	Altura(cm)	Tiempo (s)	Altura(cm)
105,002	4,426	52,002	4,425
104,002	4,428	48,002	4,266
100,002	4,461	44,002	3,868
96,002	4,445	40,002	3,544
92,002	4,424	36,002	3,251
88,002	4,464	32,002	2,929
84,002	4,46	28,002	2,579
80,002	4,427	24,002	2,124
76,002	4,427	20,002	1,61
72,002	4,456	16,002	1,146
68,002	4,459	12,002	0,696
64,002	4,428	8,002	0,251
60,002	4,455	4,002	0,061
56,002	4,429	0,002	0

- Prueba de separación de fases, 60 g/L a de ion cloruro y 25°C se obtuvo un tiempo de separación de fases de 64 segundos

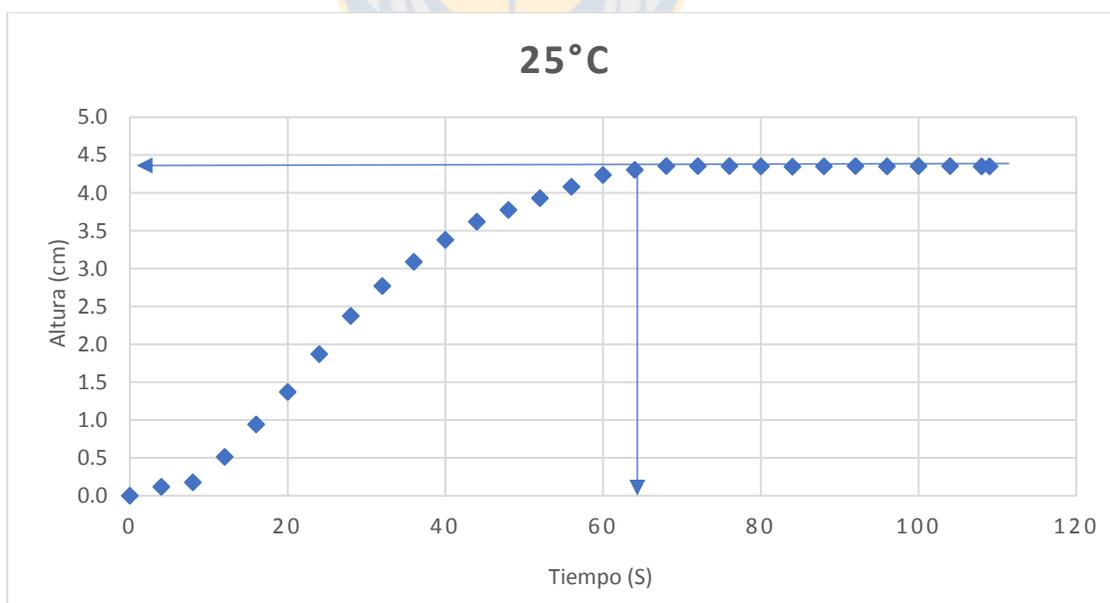


Figura 38. Tiempo de separación de fases, 60 g/L de ion cloruro, 25°C

Tabla 37. Datos separación de fases a 25°C y 60 g/L de ion cloruro.

Tiempo (s)	Altura(cm)	Tiempo (s)	Altura(cm)
109,001	4,352	52,001	3,93
108,001	4,35	48,001	3,775
104,001	4,355	44,001	3,617
100,001	4,353	40,001	3,379
96,001	4,349	36,001	3,09
92,001	4,354	32,001	2,769
88,001	4,352	28,001	2,377
84,001	4,346	24,001	1,869
80,001	4,352	20,001	1,37
76,001	4,353	16,001	0,943
72,001	4,355	12,001	0,514
68,001	4,356	8,001	0,179
64,001	4,305	4,001	0,118
60,001	4,237	0,001	0
56,001	4,081		

- Prueba 60 g/L a de ion cloruro y 35°C se obtuvo un tiempo de separación de fases de 52 segundos.

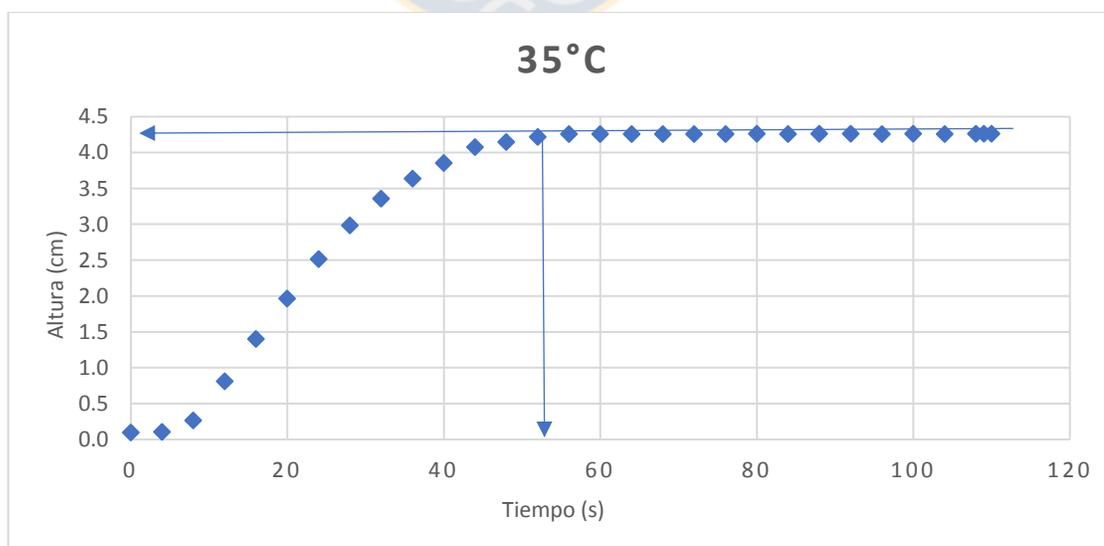


Figura 39. Tiempo de separación de fases, 60 g/L de ion cloruro, 35°C

Tabla 38. Datos separación de fases a 35°C y 60 g/L de ion cloruro.

Tiempo (s)	Altura(cm)	Tiempo (s)	Altura(cm)
110,002	4,262	56,002	4,258
109,002	4,262	52,002	4,216
108,002	4,26	48,002	4,146
104,002	4,259	44,002	4,077
100,002	4,26	40,002	3,854
96,002	4,259	36,002	3,638
92,002	4,26	32,002	3,355
88,002	4,261	28,002	2,985
84,002	4,259	24,002	2,514
80,002	4,26	20,002	1,962
76,002	4,259	16,002	1,401
72,002	4,258	12,002	0,81
68,002	4,259	8,002	0,264
64,002	4,257	4,002	0,106
60,002	4,259	0,002	0,098

- Prueba 60 g/L de ion cloruro con agua de mar y 25°C se obtuvo un tiempo de separación de fases de 68 segundos.

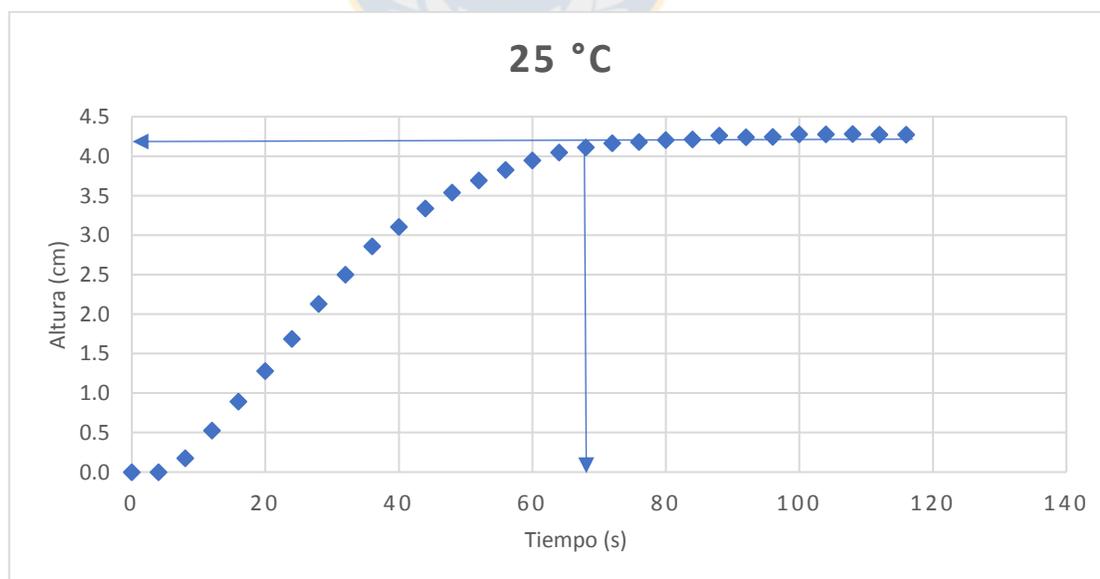


Figura 40. Tiempo de separación de fases, 60 g/L de ion cloruro con agua de mar, 25°C

Tabla 39. Datos separación de fases a 25°C y 60 g/L de ion cloruro con agua de mar.

Tiempo (s)	Altura(cm)	Tiempo (s)	Altura(cm)
116,002	4,274	56,002	3,824
112,002	4,274	52,002	3,693
108,002	4,279	48,002	3,54
104,002	4,276	44,002	3,338
100,002	4,277	40,002	3,105
96,002	4,246	36,002	2,857
92,002	4,24	32,002	2,501
88,002	4,261	28,002	2,131
84,002	4,211	24,002	1,685
80,002	4,205	20,002	1,278
76,002	4,182	16,002	0,892
72,002	4,162	12,002	0,524
68,002	4,112	8,002	0,177
64,002	4,048	4,002	0
60,002	3,948	0,002	0

- Prueba 60 g/L de ion cloruro con agua de mar y 35°C se obtuvo un tiempo de separación de fases de 60 segundos.

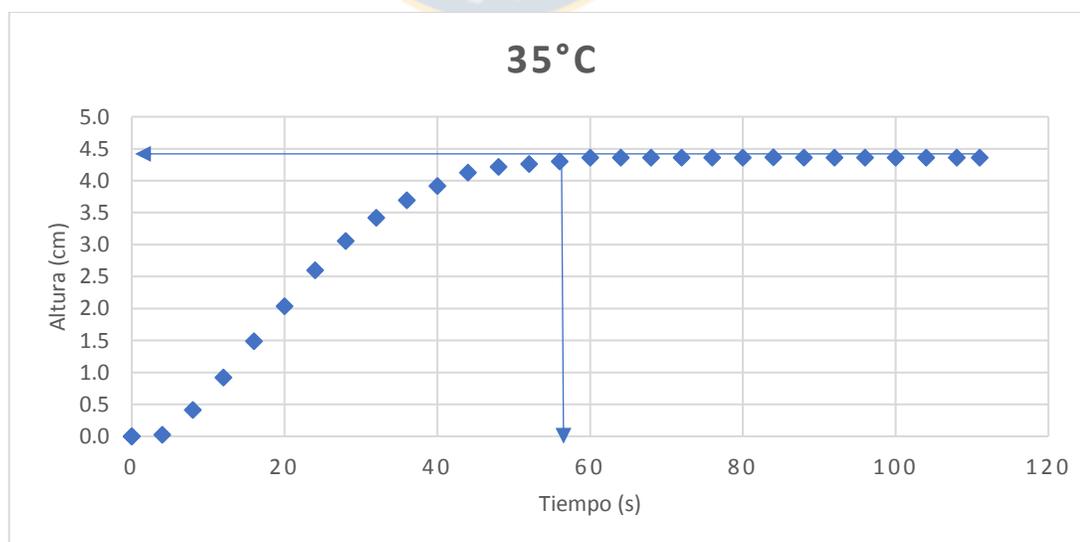


Figura 41. Tiempo de separación de fases, 60 g/L de ion cloruro con agua de mar, 35°C

Tabla 40. Datos separación de fases a 35°C y 60 g/L de ion cloruro con agua de mar.

Tiempo (s)	Altura(cm)	Tiempo (s)	Altura(cm)
111,001	4,36	52,001	4,261
108,001	4,36	48,001	4,214
104,001	4,359	44,001	4,126
100,001	4,36	40,001	3,914
96,001	4,359	36,001	3,691
92,001	4,36	32,001	3,416
88,001	4,358	28,001	3,054
84,001	4,361	24,001	2,594
80,001	4,359	20,001	2,036
76,001	4,36	16,001	1,485
72,001	4,36	12,001	0,921
68,001	4,359	8,001	0,413
64,001	4,359	4,001	0,024
60,001	4,359	0,001	0
56,001	4,3	0,001	0

7.2.7 Pruebas de lavado de orgánico

Los resultados fueron obtenidos con alícuotas de 100 mL, enrasados a 25 mL

Tabla 41. Ion cloruro en pruebas de lavado de orgánico

	Razón O/A	(mg/L)Cl ⁻	Cl ⁻ en el orgánico(g/L)
60 g/L agua destilada	1/1	54,8	0,0137
	1/2	56,9	0,0142
110 g/L agua destilada	1/1	63,5	0,0159
	1/2	66,3	0,0166
60 g/L agua de mar	1/1	80,8	0,0202
	1/2	60,2	0,0151