

CAPÍTULO III: INSTALACIÓN CON MEMBRANAS PARA LA EXTRACCIÓN DE GERMANIO

1. PUESTA A PUNTO DE LA INSTALACIÓN

1.1. Descripción instalación

El sistema experimental utilizado para llevar a cabo los experimentos de extracción, está constituido por diferentes elementos, siendo el módulo de fibras huecas (MFH) el componente base de esta tecnología. A continuación se representa el esquema que simula el equipo experimental.

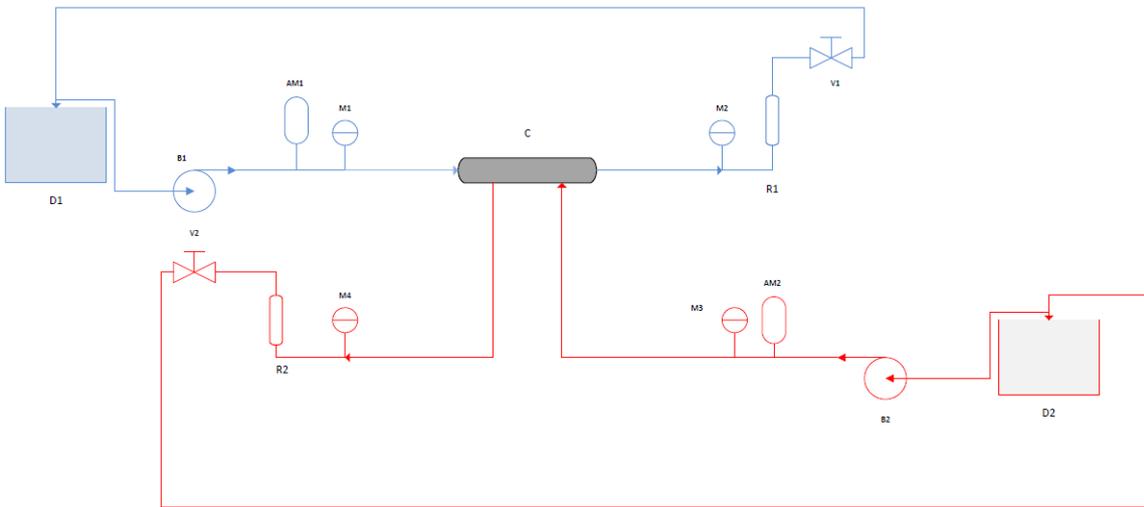


Ilustración III-1. Esquema equipo experimental.

En la siguiente fotografía se presenta una imagen del dispositivo experimental utilizado.

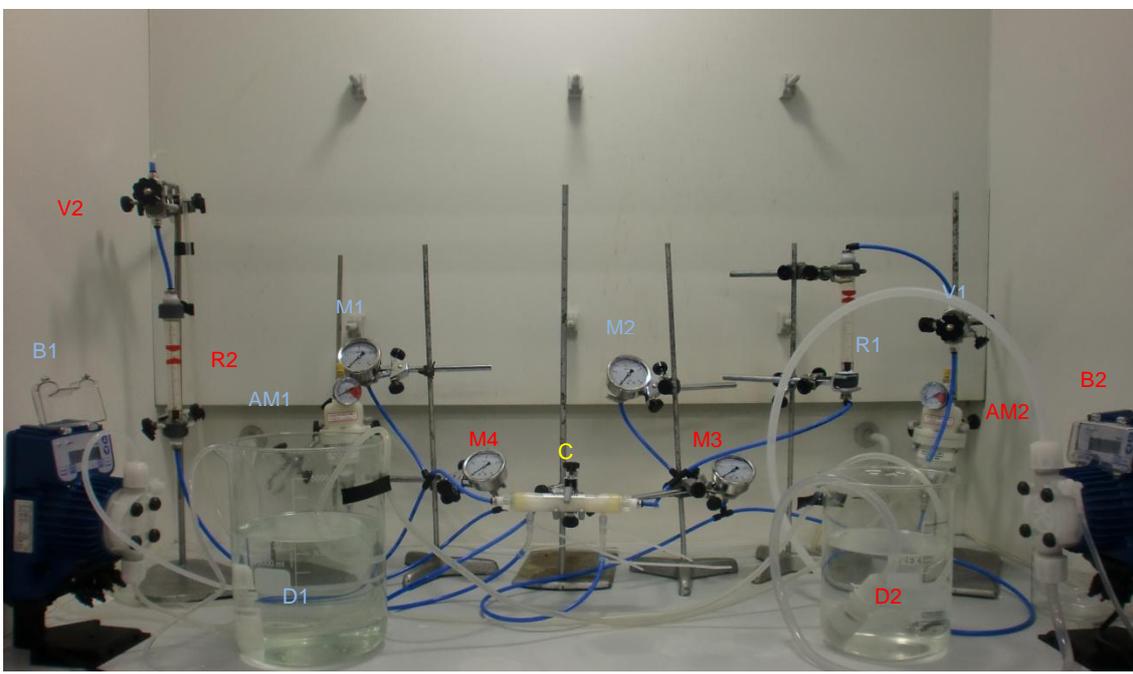


Ilustración III-2. Equipo experimental.

Tanto en el esquema como en la ilustración anterior, el color azul representa la línea de fase acuosa y el color rojo la de fase orgánica.

A continuación se describen los diferentes componentes del sistema experimental comenzando por el módulo de fibras huecas.

Módulo de fibras hueca

El módulo de fibras huecas utilizado en este trabajo tiene una configuración tubular. Consiste en un conjunto de fibras microporosas de polipropileno empaquetadas y contenidas en el interior de una carcasa del mismo material que las fibras. El conjunto tiene una configuración de carcasa y tubos permitiendo la circulación de uno de los fluidos por el interior de las fibras, tubos, y del otro a través del espacio entre fibras, carcasa.

El polipropileno/poliuretano es un material hidrófobo capaz de humedecerse por el contacto con una fase orgánica pero no, al contactar con una fase acuosa. Por esta razón, los poros de la pared de las fibras huecas se rellenan de fase orgánica y es en la boca de estos poros, donde se establece la interfase de contacto entre la fase acuosa y la fase orgánica. En la Ilustración III-3 se muestra el módulo de fibras huecas empleado para la realización de este estudio, además se incluye una fotografía real del dispositivo usado.



Ilustración III-3. Módulo de membranas Liquid-Cel empleado.



Ilustración III-4. Módulo de membranas Liquid-Cel empleado.

En la Ilustración III-3 se puede observar que el módulo tiene dos posibles entradas/salidas de fluido, una para el acceso a las fibras y la otra para el acceso a la

carcasa. Esta configuración es similar a la de los intercambiadores de calor de carcasa y tubo, permitiendo la circulación de las fases de todas las formas posibles.

El contactor de fibras huecas empleado en este trabajo es un módulo 1 x 5.5 MiniModule® suministrado por la empresa Liqui-cel. Las características más importantes de estos módulos se recogen en la Tabla III-1, además la hoja de especificaciones suministrada por el fabricante se encuentra recogida en el Anexo II.

| Características de la membrana | |
|--|---|
| Configuración de cartucho | Flujo paralelo. Flujo líquido en lado interior (lumenside). |
| Directrices de flujo líquido | < 500 ml/min (0.13 gpm) |
| Tipo de membrana | Fibra X50 |
| Membrana/Material relleno | Polipropileno/Poliuretano |
| Típica área exterior de | ID: 0.18 m ² (1.9 ft ²) |
| Volumen cebado (aproximado) | |
| Lado exterior(Shellside) | 25 ml |
| Lado interior (Lumenside) | 16 ml |
| Directrices para la presión | |
| Máximo de Temperatura y Presión en líquido en lado interior de la membrana. | 20°C, 4.1 bar (68°F, 60 psig) 40°C, 2.1 bar (104°F, 30 psig) |
| Opciones de armazón y características | |
| Material | Policarbonato |
| Conexión Brida | |
| Lado exterior(Shellside) (gas/vacío) | Conector Luer Lock hembra estándar <i>Con adaptadores Policarbonato para manga ¼ de pulgada.</i> |
| Lado interior(Lumenside) (superficie húmeda) | ¼ pulgada FNPT ó Dializador lock macho Luer Lock con adaptadores de ABS a 5,9 mm (0.23 pulgada) tubo recto y adaptadores de acetil a 6,35(0.25 pulgada) John Guest® accesorios. |
| Peso | |
| Seco | 46.9 g (0.10 lb.) |
| Peso de envío (máx.) | 56.3 g (0.12 lb.) |
| Regulaciones | |
| Alcanza los puntos límites de RoHS. Se somete a CFR Titulo 21. Cumple con FDA para parte húmeda solamente. | |

Tabla III-1. Características de la membrana MiniModule®.

Suponiendo que la fase acuosa circula por el interior de las fibras y la fase orgánica circula por la carcasa y que los poros de las fibras solo están llenos de fase orgánica, se puede decir que la interfase acuosa-orgánica se sitúa en la boca del poro correspondiente a la pared interna de las membranas microporosas. Para evitar que la fase orgánica atraviese el poro y pase al interior de la fibra provocando el mezclado de las fases, se aplica una sobrepresión a la fase acuosa. En este trabajo se utiliza una presión diferencial entre ambas fases $\Delta P = P_{acuosa} - P_{emulsión} = 0,2-0,3$ bar. Dicha presión

diferencial fue la utilizada en el estudio sobre extracción de Cr (VI) llevado a cabo en la universidad de Cantabria (Bringas, 2008). La Ilustración III-5 muestra un esquema de un corte transversal a una fibra hueca.

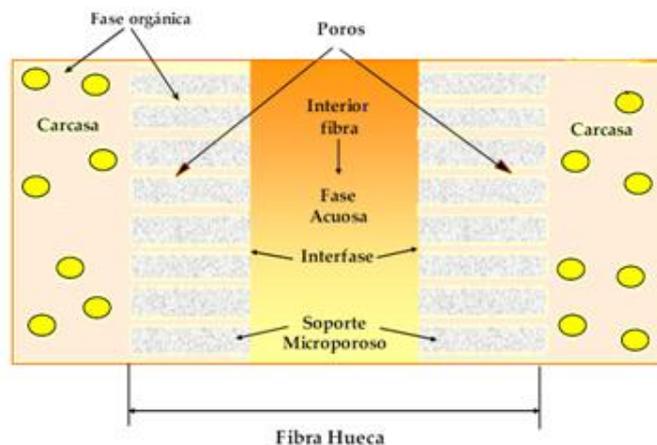


Ilustración III-5. Esquema de un corte transversal a una fibra hueca.

El equipo experimental utilizado para llevar a cabo los experimentos contiene un módulo de fibras huecas donde se ponen en contacto la fase acuosa de alimentación y la fase orgánica (formada por queroseno y trioctilamina). En este módulo en teoría debe tener lugar la extracción del germanio desde la fase acuosa de alimentación a la fase orgánica. Más adelante se muestra como tiene lugar la circulación de cada una de las fases por el interior del contactor.

Almacenamiento de fluidos

El sistema cuenta con dos pequeños depósitos de almacenamiento, uno para la fase acuosa alimentación y otro para la fase orgánica, ambos de 3 litros de capacidad.

Bombeo

Cada una de las fases es impulsada mediante una bomba solenoide dosificadora la cual se selecciona en función de las necesidades de caudal, presión y compatibilidad de materiales. Estas bombas tienen la particularidad de suministrar un volumen constante por cada impulso independiente de la presión que se genera en el circuito.

Para la fase acuosa de alimentación se emplea una bomba dosificadora de la marca *TEKNA EVO* modelo TPG800NHH0000. En el caso de la fase orgánica, se emplea una bomba dosificadora de la misma marca, aunque de diferente modelo, dicho modelo es TPG803NHH0000.

Las bombas seleccionadas son digitales, el caudal que pueden suministrar es constante y ajustable manualmente. La dosificación que suministran es proporcional a una señal externa analógica (4-20 mA) o digital.

- *Bomba de fase acuosa*

La fotografía que se presenta a continuación muestra la bomba utilizada en la línea de acuoso. Más adelante se indican sus características más importantes. No obstante, en los anexos se recogen tanto el manual de funcionamiento como las hojas de especificaciones técnicas.



Ilustración III-6. Bomba del circuito de acuoso.

| Presión (bar) | Caudal (L/h) | Frecuencia máx. (Impulso/min) | Capacidad por impulso (cm ³ /impulso) |
|---------------|--------------|-------------------------------|--|
| 12 | 7 | 320 | 0,36 |
| 10 | 10 | | 0,52 |
| 5 | 15 | | 0,78 |
| 1 | 18 | | 0,94 |

Tabla III-2. Características bomba de acuoso.

- *Bomba de fase orgánica*

La fotografía que se presenta a continuación muestra la bomba utilizada en la línea de orgánico. Más adelante se indican sus características más importantes. No obstante,

en los anexos se recogen tanto el manual de funcionamiento como las hojas de especificaciones técnicas.



Ilustración III-7. Bomba del circuito de orgánico.

| Presión (bar) | Caudal (L/h) | Frecuencia máx. (Impulso/min) | Capacidad por impulso (cm ³ /impulso) |
|------------------|-----------------|----------------------------------|---|
| 5 | 20 | 300 | 1,11 |
| 4 | 25 | | 1,39 |
| 2 | 40 | | 2,22 |
| 1 | 54 | | 3 |

Tabla III-3. Características bomba orgánico

Circulación de fluidos

La circulación de los fluidos se realiza en tubos de poliuretano de 4 mm de diámetro interno y 6 mm de diámetro externo, En las bombas se ha empleado tubos de silicona flexible en los cabezales.

Por otro lado, para evitar las fluctuaciones de caudal y presión en el interior del contactor se introduce tanto para la fase acuosa como para la fase orgánica, dos amortiguadores de pulsaciones del modelo ACCU-PULSE, los cuales se sitúan en las entradas del módulo en cada una de las líneas.



Ilustración III-8. Amortiguador de pulsos ACCU-PULSE.

En el anexo III se encuentra recogido el manual de instalación suministrado por el fabricante.

- *Amortiguador de pulsaciones*

Un amortiguador de pulsaciones es un recipiente que contiene un gas a presión en su interior. Dicho instrumento contiene un elemento separador entre el gas y el líquido del circuito, su función primordial es la de impedir la fuga del gas. Esta pieza separadora puede ser básicamente de dos tipos, de caucho o de un material termoplástico.

A continuación aparece representado el interior de este instrumento.

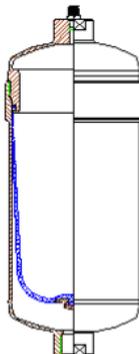


Ilustración III-9. Esquema amortiguador de pulsaciones.

Este tipo de dispositivos se suelen cargar con aire comprimido o nitrógeno. La presión de carga inicial o de hinchado del gas del amortiguador siempre es inferior a la presión del circuito hidráulico en el que se instala. En las hojas de especificaciones se recoge que es aconsejable operar con una presión de un 70% a un 85% de la presión que posea la línea (con un máximo de 150 PSI).

La función de un amortiguador de pulsaciones es la de estabilizar el caudal variable y oscilante generado en cada uno de los pulsos de las bombas dosificadoras.

Cuando se instala un amortiguador de pulsaciones, el volumen que suministra la bomba durante cada pulso de trabajo se divide en dos partes, una se va hacia la utilización y la otra se introduce en el amortiguador, éste volumen acumulado es devuelto seguidamente al circuito mientras dura el ciclo de aspiración de la bomba.

Al introducir un volumen de líquido en el amortiguador, se comprimirá el gas reduciéndose así el volumen inicial del mismo, en la siguiente ilustración se muestra lo descrito anteriormente.

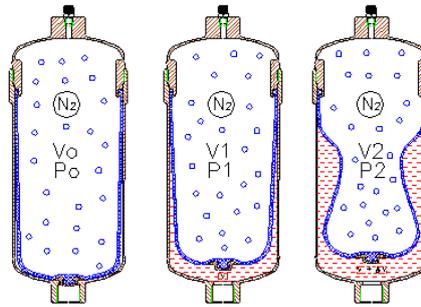


Ilustración III-10. Esquema funcionamiento amortiguador de pulsaciones.

Medida de presión

A la entrada y salida del módulo y para cada fase se colocan manómetros de acero inoxidable con escala de 0–4 bar. Estas medidas de presión permitirán controlar la diferencia de presión entre fases, necesaria para estabilizar la interfase acuosa/orgánica en la pared de las fibras huecas.



Ilustración III-11. Manómetro (EN837-1).

Medida de caudal

El caudal de cada fase se mide mediante un rotámetro de flotador de acero inoxidable, tubo de vidrio y juntas de teflón. El modelo empleado para ambas fases es de la marca GEMU, es capaz de medir en un rango de 5-65 L/h.

En la instalación se han colocado dos rotámetros, uno en la línea de fase acuosa y otro en la de fase orgánica.



Ilustración III-12. Rotámetro (GEMU).

Control de presión y caudal

Para controlar la diferencia de presión entre las fases se utiliza la válvula de regulación situada a la salida del rotámetro. Cuando esta válvula se cierra se fuerza al fluido a circular a una mayor presión para superar la pérdida de carga originada por la válvula. Al cerrar la válvula, también se actúa sobre el caudal, por lo que si se quiere trabajar a un caudal determinado habrá que modificar la velocidad de la bomba. En el sistema experimental el control de presión y caudal se realiza actuando de forma simultánea sobre la válvula y la velocidad de la bomba.

En el sistema diseñado se han colocado dos válvulas de regulación de caudal, situadas ambas a la salida de los rotámetros.



Ilustración III-13. Válvula (Iberfluid).

1.2. Puesta en marcha instalación

Tras sucesivas mejoras, tratando de solventar las dificultades que han ido surgiendo, son muchos los cambios realizados en la instalación hasta la obtención de la configuración final anteriormente descrita.

A continuación se relata cada uno de los cambios y pruebas realizadas hasta la obtención de la disposición más óptima de trabajo. Todas estas pruebas fueron realizadas con agua, tanto en la línea 1 como en la línea 2.

La instalación se ha construido partiendo de la configuración que se usó en el estudio llevado a cabo en la universidad de Cantabria sobre la extracción de Cr (VI) (Bringas, 2008).

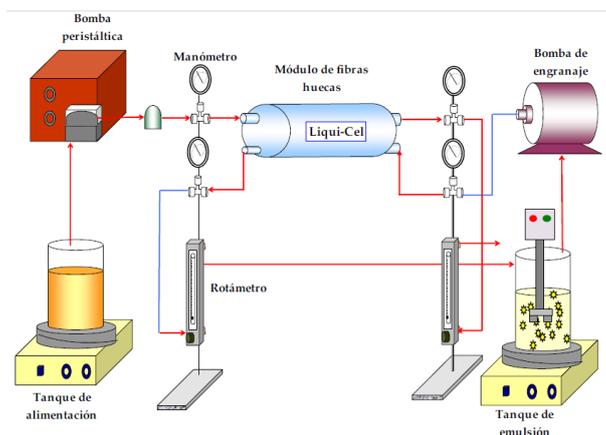


Ilustración III-14. Esquema del equipo experimental utilizado en el estudio llevado a cabo en la Universidad de Cantabria. (Bringas, 2008).

En una de las primeras configuraciones se optó por colocar bombas peristálticas y válvulas de compuerta, pero con dicha configuración las bombas no suministraban presión suficiente. Fue entonces cuando se decidió cambiar las bombas.

Una vez seleccionadas las nuevas bombas, las cuales se encuentran descritas anteriormente, se procedió al montaje de la nueva configuración. Al poner en marcha la nueva disposición, se observó que las bombas daban un pulso muy elevado, lo cual provocaba unos incrementos de presión inestables. Para solucionar este problema, se optó por la colocación de los dos amortiguadores de pulsos. Estos dispositivos, como ya se ha explicado anteriormente, estabilizan el flujo del fluido.

Una de las cuestiones planteadas al montar esta última configuración fue en qué posición colocar cada una de las bombas, las cuales poseen diferentes potencias. Lo

primero que se pensó fue, como la presión en la línea de fase acuosa debe ser mayor a la presión de la línea de fase orgánica colocamos la bomba de mayor potencia en la línea de fase acuosa. Sin embargo, lo que parecía algo evidente no resultó ser la mejor opción, ya que la bomba que posee mayor potencia da unos pulsos demasiado elevados y desestabiliza el sistema. Por esta razón, se optó por colocar la bomba de menor potencia en esa línea. Este planteamiento se podría haber evitado si se hubiese colocado dos bombas con las mismas características.

El último cambio que se le realizó a la instalación fue la colocación de unas válvulas de regulación de caudal, las cuales permiten un ajuste mucho más fino a la hora de conseguir unos incrementos de presión determinados.

A continuación se muestra los ensayos previos realizados en la instalación con esta última configuración.

1.3. Ensayos Previos

Con esta última y definitiva configuración se realizaron básicamente dos pruebas, las cuales fueron realizadas en varias ocasiones y de ellas se extrajo diferente información para llevar a cabo la prueba final de extracción. A continuación, se encuentran numeradas y explicadas cada una de estas experiencias:

1. La primera que se realizó resultó ser bastante concluyente, ya que se verificó por un lado que la instalación funcionaba correctamente, consiguiendo presiones estables y mayores en la línea de fase acuosa que en la línea de fase orgánica, y por otro, que el material de la membrana no es permeable al agua. La prueba consistió en introducir agua coloreada en el circuito de fase acuosa y agua sin colorear por el circuito de fase orgánica. El resultado fue que ni el agua coloreada ni la sin colorear pasaban a los circuitos contrarios, es decir, la coloreada no pasaba al circuito de fase orgánica y la no coloreada no pasaba al de fase acuosa.



Ilustración III-15. Experiencia agua coloreada.

2. La segunda consistió en introducir agua en la línea de fase acuosa y éter de petróleo en la línea de fase de orgánica. Con esta prueba se comprobó que si las presiones en la línea de fase orgánica superan a las presiones de la línea de fase acuosa, el éter de petróleo pasa a la línea de fase acuosa. Luego, se verificó que el material del que está compuesta la membrana es permeable a compuestos orgánicos.

Las condiciones de operación de ambos ensayos fueron aproximadamente las mismas y se describen a continuación:

| | |
|--|--------|
| Presión en amortiguadores de pulsos (bar) | AM1:1 |
| | AM2:1 |
| Presión manómetros (bar) | M1:0,9 |
| | M2:0,9 |
| | M3:0,6 |
| | M4:0,6 |
| Caudal (l/h) | R1:10 |
| | R2:8 |

| | |
|--|----|
| Potencia Bomba de fase acuosa (%) | 60 |
| Potencia Bomba de fase orgánica (%) | 10 |

Tabla III-4. Condiciones de operación en ensayos previos.

1.4. Manual de operación de la instalación

Las pautas genéricas que hay que seguir para poder operar con la instalación son las siguientes:

1. Introducir aire en los amortiguadores de pulsos. Cuando se vaya a realizar este punto hay que tener en cuenta que la presión debe ser un 80% la presión que se alcance en la línea, es decir es menor. (Nota: la presión que se alcanza en la línea es la que marcan los manómetros más la atmosférica).

Se aconseja no trabajar con presiones muy elevadas ya que se pondría en riesgo la integridad del contactor.

Para introducir el aire en el amortiguador sólo hay que desenroscar el tapón amarillo e introducir el aire mediante una bomba/compresor.



Ilustración III-16. Amortiguador de pulsos.

Para más información, el manual de instalación se encuentra adjunto en el anexo III.

2. Abrir las válvulas 1 y 2 completamente.
3. Preparar la solución acuosa y la extractante.
4. Encender la bomba 1 y programarla para un caudal moderado.

5. Cebear la bomba 1.

Este tipo de bombas requieren ser cebadas antes de su uso, para ello seguir las siguientes pautas:

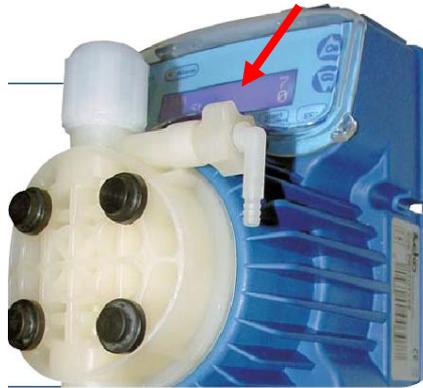


Ilustración III-17. Válvula para cebado en bomba dosificadora.

- Como se puede apreciar en la imagen, la bomba posee una válvula. Para cebear la bomba hay que conectar un conducto para la evacuación del fluido.
- Abrir la válvula.
- Poner en marcha la bomba.
- Cerrar la válvula cuando por el conducto ya no salga aire.

Este procedimiento también se usa cuando se desee purgar aire que se haya introducido en el sistema.

Para más información, el procedimiento para cebear/purgar las bombas se encuentra recogido en el anexo III.

6. Cerrar poco a poco la válvula 1 y colocarla en una posición fija de acuerdo con el caudal y la presión con la que se quiera trabajar: si se mantiene la válvula abierta completamente los manómetros no marcarían presión, ya que en ese caso la presión que habría en la instalación sería la atmosférica.
7. Dejar pasar en torno a unos 15 minutos para que la línea 1 alcance el régimen permanente. Llegados a este punto puede ocurrir tres cosas: que la presión comience a aumentar mucho, en cuyo caso hay que disminuir la potencia de la bomba, que la presión sea inferior a la programada en los amortiguadores, en esa situación hay que aumentar la potencia de la bomba, o que la presión sea la adecuada para la condiciones programadas en los amortiguadores, en cuyo

caso no hay que hacer nada. Por otro lado, para un ajuste fino, es aconsejable abrir o cerrar la válvula según convenga.

8. Encender la bomba 2 y programarla para un caudal bajo. A partir de este punto hay que tener en cuenta que la presión que debe tener la línea 2 debe ser inferior a la de la línea 1. Por lo que se aconseja empezar con caudales pequeños e ir aumentándolos poco a poco.
9. Cebiar la bomba 2. Para ello se sigue el procedimiento descrito en el punto 4.
10. Cerrar poco a poco la válvula 2 y colocarla en una posición fija de acuerdo con el caudal y la presión con la que se quiera trabajar (si se mantiene la válvula abierta completamente los manómetros no marcarían presión, ya que en ese caso la presión que habría en la instalación sería la atmosférica).
11. Al igual que para la línea 1, se deja pasar en torno a unos 15 minutos para que la línea 2 alcance el régimen permanente. Las situaciones que pueden presentarse son las mismas que para la línea 1, las cuales se encuentran descritas en el punto 7.

2. DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1. Definición del sistema experimental

La técnica de EPT es una combinación de dos conocidas operaciones de separación, extracción y reextracción con disolventes, donde la fase orgánica actúa como una barrera de separación selectiva entre la fase de alimentación y la fase de reextracción. Este sistema permite el transporte selectivo de moléculas de una fase a otra.

En el proceso de extracción mediante tecnologías de extracción con disolventes en contactores de membrana intervienen dos fases fluidas o corrientes: I) la fase acuosa de alimentación, que es el efluente puesto a estudio y II) la fase orgánica, que contiene el agente extractante selectivo. A continuación se detallan cada una de estas fases.

Fase acuosa de alimentación

La fase acuosa de alimentación (FA) consiste en una solución de germanio a la que se añade el agente complejante (catecol). La solución de germanio es obtenida a partir de un patrón de germanio 1000 mg/L, para este estudio se ha trabajado con una dilución de unos 30 mg/L. En cuanto al catecol, se ha trabajado con una relación molar catecol/germanio de 30.

Uno de los factores a tener en cuenta en esta fase es el pH. Según Arroyo, 2007, el rango óptimo de pH para que tenga lugar la concentración y separación del Ge está comprendido entre 2-3.

En el experimento llevado a cabo se han preparado 3 L de fase acuosa con un pH de 1,91.

Fase orgánica

Es la fase que permitirá la separación de los solutos, en contacto con la acuosa. La fase orgánica (FO) inmisible en agua consiste en la mezcla de un extractante diluido en un disolvente.

- Agente extractante

La extracción de un componente de una mezcla, se puede conseguir con la ayuda de un agente extractante que cumpla las siguientes condiciones:

- El extractante debe ser inmisible con la disolución a extraer.
- Que el componente deseado sea soluble en el disolvente de extracción.
- Que el resto de componentes no sean solubles en el disolvente de extracción.
- Debe poseer una gran capacidad de extracción del elemento a eliminar.
- Que no sea tóxico ni inflamable, aunque, desgraciadamente hay pocos que cumplan este criterio.

En este estudio el extractante utilizado es trioctilamina.

- Disolvente

El disolvente que contiene la fase orgánica es el éter de petróleo, este mejora las propiedades físicas de la fase orgánica.

Para el experimento llevado a cabo en el presente estudio, se preparó 3 L de esta fase, con una relación molar trioctilamina/germanio de 10.

2.2. Descripción del funcionamiento de la tecnología seleccionada

La configuración seleccionada, se basa en hacer circular la fase acuosa por el interior de cada fibra. La fase orgánica, por el contrario, se hace circular por la carcasa, es decir por fuera de las fibras huecas.

Además del módulo de membrana de fibra hueca, como ya se ha mencionado anteriormente, también se necesita dos bombas con sus respectivos rotámetros y

cuatro indicadores de presión. Para evitar el paso de orgánico a la fase acuosa se ha trabajado con una presión diferencial de 0,3 bar aproximadamente ($\Delta P = P_{acuosa} - P_{emulsión}$).

En las siguientes imágenes se muestra el proceso que siguen las corrientes de los diferentes fluidos por la membrana.

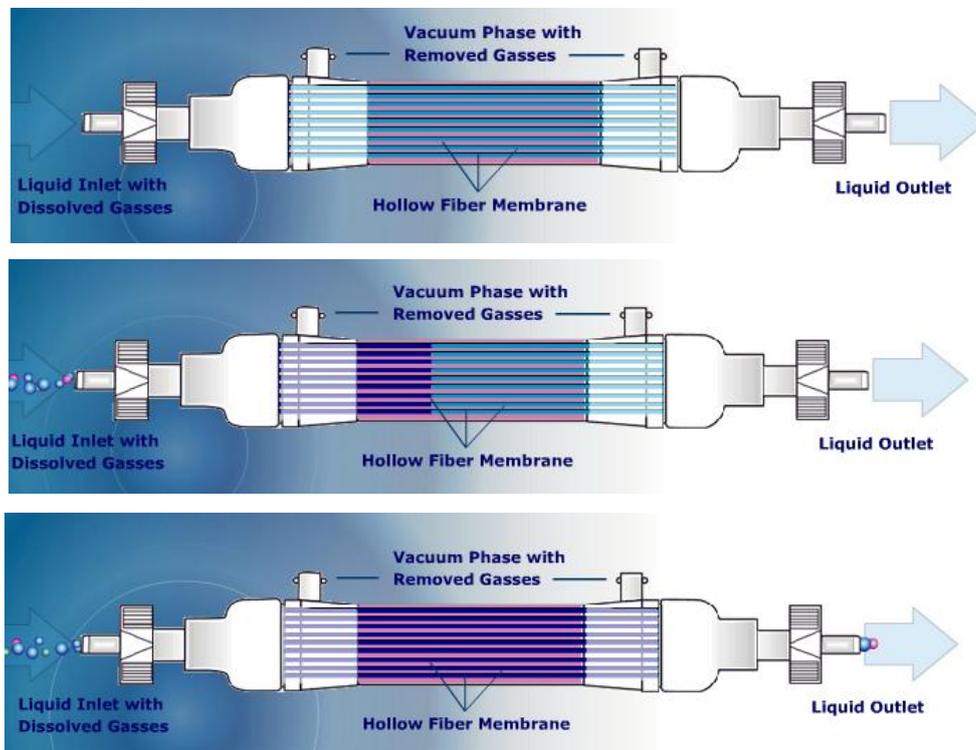


Ilustración III-18. Esquema de funcionamiento de la membrana.

En las ilustraciones anteriores se puede apreciar muy bien como tiene lugar la circulación de cada una de las fases por el interior del contactor.

3. PUESTA A PUNTO DEL DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

3.1. Descripción procedimiento experimental

Los pasos a seguir durante el proceso experimental se representa en el diagrama siguiente:

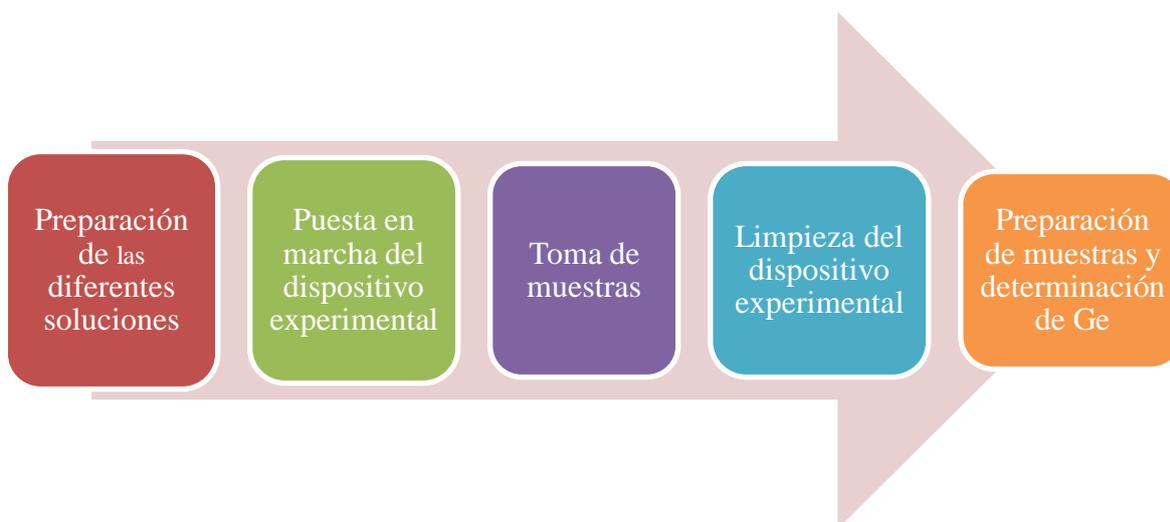


Ilustración III-19. Descripción del proceso experimental.

A continuación se describe el procedimiento utilizado para llevar a cabo el experimento de extracción de germanio en módulos de fibra hueca.

Inicialmente se prepara tanto la fase acuosa de alimentación, como la fase orgánica, con los reactivos y la composición indicados en el apartado anterior.

En los experimentos, tanto la fase orgánica como la acuosa son recirculadas continuamente. Dicha configuración fue seleccionada debido a que se comprobó que el tiempo que tardaba el fluido en pasar por el contactor era muy corto (del orden de segundos) y por tanto se pensó que no es suficiente tiempo de residencia para que tenga lugar la transferencia de materia.

Una vez preparadas cada una de las fases el sistema está preparado para su arranque. Se conecta la bomba de la fase acuosa de alimentación comenzando con una velocidad de bombeo baja que se va incrementando lentamente hasta alcanzar una presión estable. La fase acuosa que sale del módulo se vuelve a introducir en el mismo tanque, al igual que la fase orgánica. Una vez que la presión de la fase acuosa se estabiliza, se conecta el sistema de bombeo correspondiente a la fase orgánica siendo necesario cebar el cabezal de la bomba. Una vez que la fase orgánica llega al cabezal de la bomba, ésta se acciona de forma gradual hasta conseguir que el fluido rellene la carcasa del módulo. De forma simultánea, se manipulan los rotámetros de salida de ambas fases con el fin de conseguir una diferencia de presión entre la fase acuosa y la emulsión de 0,3 bar. En este momento se pone el cronómetro en marcha, indicando el inicio del experimento.

Cada 10 minutos se toman muestras de unos 15 mL de la fase acuosa de alimentación que sale continuamente del módulo de fibras huecas. Se tomaron 10 muestras, luego el sistema estuvo funcionando aproximadamente 2 horas. La razón por la cual el sistema estuvo funcionando durante dos horas fue porque de esa manera se aseguraba que todo el volumen de cada una de las fases pasara por el contactor.

Para finalizar el experimento, en primer lugar se interrumpe la circulación de la emulsión hasta que se vacía la carcasa del contactor. A continuación se para la circulación de la fase acuosa y se vacía el sistema. Finalmente, se hace circular agua por el interior de las fibras y éter de petróleo por la carcasa para limpiar el módulo de fibras huecas.

Las condiciones de operación en la instalación durante el experimento se recogen en la siguiente tabla:

| | |
|--|--------------------------------------|
| Presión en amortiguadores de pulsos (bar) | AM1:1,5 AM2:1,5 |
| Presión manómetros (bar) | M1:1,2 M2:1,2 M3:0,9 M4:0,9 |
| Caudal (l/h) | R1:8 R2:5 |
| Potencia Bomba de fase acuosa (%) | 42 |
| Potencia Bomba de fase orgánica (%) | 3 |

Tabla III-5. Condiciones de operación en ensayos previos.

3.2. Determinación de Ge

Durante el experimento se tomaron una serie de muestras de la fase acuosa de las cuales hay que medir su contenido en germanio.

El procedimiento seguido para la medición del germanio es un método colorimétrico, el cual se encuentra explicado en el capítulo I.

Los resultados obtenidos tras dicho proceso se encuentran recogidos en el siguiente punto.

4. RESULTADOS

Se tomaron diez muestras, de la fase acuosa, de las que sólo se analizaron tres, ya que los resultados no fueron los previstos.

En primer lugar, para la determinación de Ge se construyó una recta de calibración, la cual se construyó a partir de una serie de patrones de germanio de concentración conocida a los que se les midió su absorbancia.

| Muestra (mg/l) | Absorbancia |
|----------------|-------------|
| 0,2 | 0,252 |
| 0,4 | 0,496 |
| 0,8 | 0,968 |

Tabla III-6. Datos para la elaboración de recta de calibrado.

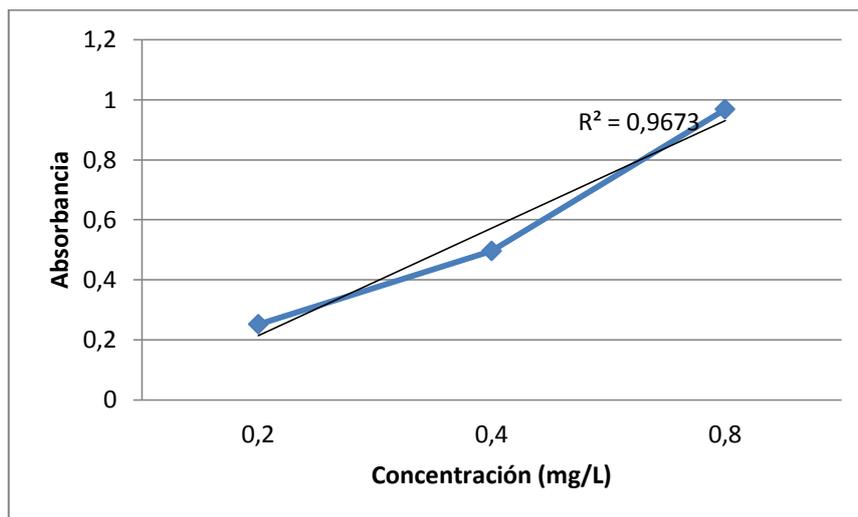


Gráfico III-1. Recta calibrado.

Con la recta anterior se puede determinar la concentración de germanio que posee cada una de las muestras tomadas.

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de algunas de las muestras tomadas.

| Muestra | Absorbancia | Dilución | Concentración (ppm) |
|---------------------|-------------|----------|---------------------|
| Fase acuosa inicial | 0,826 | 1:50 | 34 |
| Muestra 1 | 0,777 | 1:50 | 32 |
| Muestra 9 | 0,818 | 1:50 | 34 |
| Muestra 10 | 0,821 | 1:50 | 34 |

Tabla III-7. Resultados experiencia.

5. CONCLUSIONES

La información que se extrae de los resultados anteriores es que no ha tenido lugar la transferencia de materia, ya que si comparamos la muestra inicial con la obtenida tras pasar dos horas, observamos que la concentración es prácticamente la misma. Lo mismo ocurre con las otras muestras tomadas.

El motivo principal por el cual se cree que no ha tenido lugar la transferencia de materia es porque el éter de petróleo no ha empapado lo suficiente el contactor, es decir no ha impregnado los poros donde en teoría debía tener lugar la transferencia de materia. A continuación se propone un razonamiento el cual podría esclarecer lo anteriormente planteado.

El fenómeno que permite que se pongan en contacto las fases acuosa y orgánica dentro de la membrana es la capilaridad. Dicho fenómeno depende de la tensión superficial, la cual, a su vez, depende de la cohesión del líquido, lo que le confiere la capacidad de subir o bajar por un tubo capilar.

Cuando un líquido sube por un tubo capilar, es debido a que la fuerza intermolecular o cohesión intermolecular entre sus moléculas es menor que la adhesión del líquido con el material del tubo. El líquido sigue subiendo hasta que la tensión superficial es equilibrada por el peso del líquido que llena el tubo.

Según el razonamiento anterior y teniendo en cuenta que el éter de petróleo tiene una tensión superficial baja (17,9 dina/cm), se plantean dos hipótesis que permiten explicar por qué el éter de petróleo no impregna o no lo suficiente los poros de la membrana:

- Que la fuerza de cohesión intermolecular en el éter de petróleo sea mayor que la adhesión de dicho fluido con el material que compone la membrana. Lo que provocaría que el líquido no ascendiese a través de los poros.

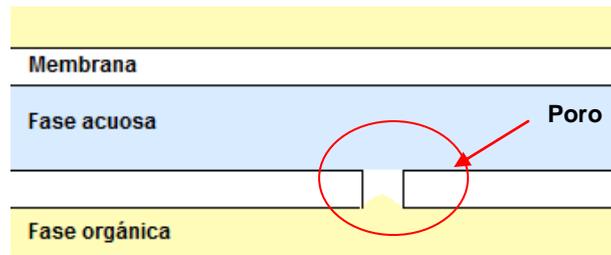


Ilustración III-20. Esquema del interior de una fibra hueca.

- Que las fuerzas intermoleculares en el éter de petróleo sea del mismo orden que la adhesión de dicho fluido con el material de la membrana. Lo que provocaría que el líquido no ascendiera lo suficiente.

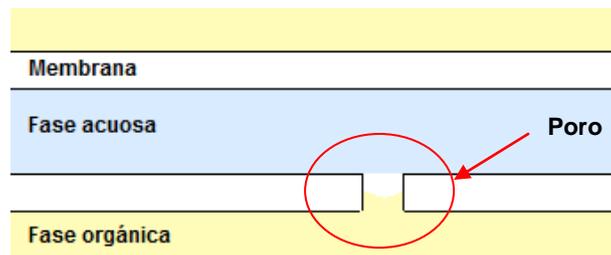


Ilustración III-21. Esquema del interior de una fibra hueca.

Tanto una como otra hipótesis conduce a una conclusión clara, para el material que componen este tipo de membranas no es adecuado el uso de éter de petróleo.

Para comprobar que efectivamente el problema se debía al uso de éter de petróleo se planteó un nuevo experimento, el cual consistió en una extracción con violeta de cristal y cloroformo. De dicha experiencia no se pudo sacar ninguna conclusión ya que el cloroformo destruyó la instalación.

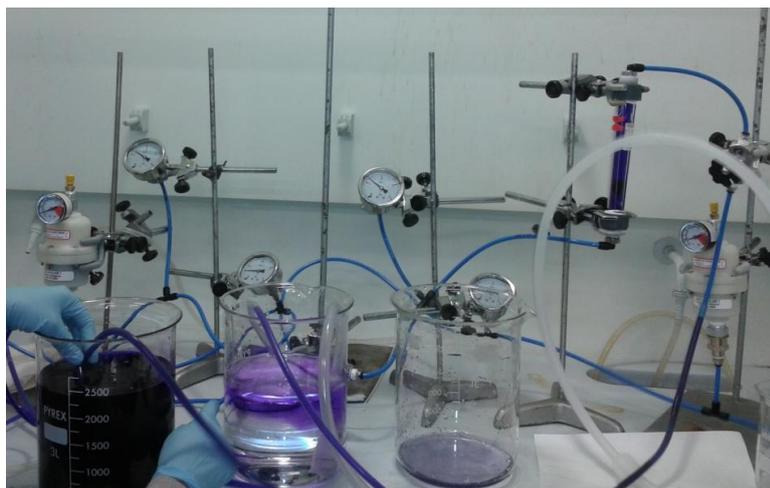


Ilustración III-22. Ensayo con violeta de cristal y cloroformo.