

REACTORES ELECTROQUÍMICOS FILTRO PRENSA A ESCALA LABORATORIO: ESCALADO Y EFECTO ENTRADA/SALIDA

Ángel Frias-Ferrer, José González-García, Verónica Sáez, Eduardo Expósito, Carlos M. Sánchez-Sánchez, J.M. Juárez-Galán, Vicente Montiel y Antonio Aldaz.

Grupo de Electroquímica Aplicada. Departamento de Química Física. Universidad de Alicante. Ap. Correos 99. 03080 Alicante (Spain).

Objetivo

Este trabajo presenta una experiencia sencilla y útil para estudiantes de la Licenciatura en Química e Ingeniería Química. Su objetivo se centra en obtener una mayor comprensión de la importancia del tamaño en los reactores electroquímicos a escala laboratorio a la hora de realizar posibles escalados a tamaños superiores. Los resultados obtenidos en células de pequeñas dimensiones no siempre son extrapolables a células de tamaño superior debido a que las condiciones de trabajo a escala laboratorio no siempre son extrapolables.

Palabras clave

Hidrodinámica, Efecto entrada/salida, transporte de materia, filtro-prensa, escalado

Introducción

Un factor de suma importancia en el diseño de reactores electroquímicos se centra en el posible escalado de los mismos desde la etapa de estudio a escala laboratorio hasta la pre-piloto o industrial. Con el objetivo de extrapolar los resultados obtenidos a escala laboratorio, el ingeniero electroquímico ha de considerar una serie de aspectos de similaridad entre la célula pequeña y el tamaño deseado (geometría, forma y tamaño, mecánica de fluidos, distribución de concentraciones, composición química de los reactivos, distribuciones de corriente y transferencia de calor).

En este sentido, el estudio de los efectos entrada/salida resulta ser un factor decisivo a la hora de realizar el escalado. Desde el punto de vista hidrodinámico, esta clase de efectos pueden ser los dominantes en células de pequeño tamaño y ser despreciables en células más grandes.

Los reactores electroquímicos del tipo filtro-prensa suelen ser los más utilizados^[1-2]. La razón de este uso se debe a diversos factores como pueden ser la alta disponibilidad de recambios, su alta versatilidad o su fácil escalado. Este escalado resulta sencillo siempre y cuando el reactor se encuentre trabajando en unas condiciones de flujo hidrodinámico totalmente desarrolladas, sin embargo, dependiendo del tamaño de las células y de su geometría es posible que los reactores se encuentren trabajando en unas condiciones de flujo hidrodinámico especiales caracterizadas por un flujo mucho más turbulento del que correspondería al caudal circulante.

A la entrada del reactor (figura 1) el perfil de velocidades se aproxima más a un patrón turbulento más que a uno laminar, para cualquier caudal estudiado. En la figura 1 solo se alcanzaría el régimen laminar en la zona de flujo totalmente desarrollado.

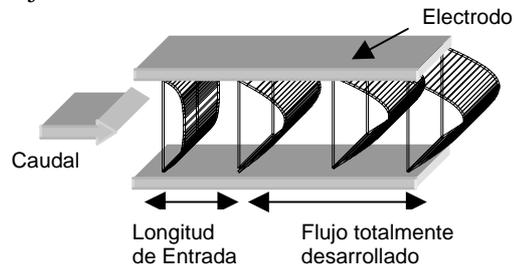


Figura 1: Desarrollo del perfil laminar entre las placas de un reactor filtro-prensa

Esto se debe al cambio en la geometría que se produce a la entrada/salida del compartimento de reacción, que genera un alto grado de turbulencia (figura 2). El estudio del efecto entrada/salida puede llevarse a cabo a través de técnicas electroquímicas, por ejemplo, a través del estudio del coeficiente de transporte de materia global, k_m , obtenido al registrar las

curvas de intensidad de corriente limite del sistema, I_L vs. t .

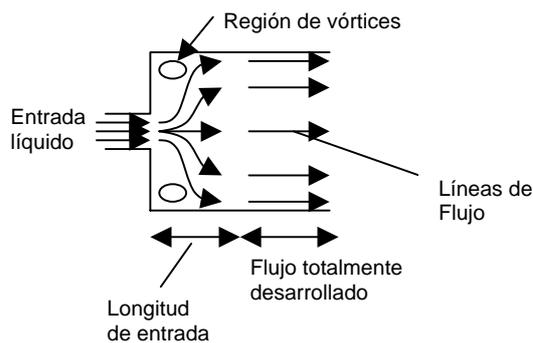


Figura 2: Posibles efectos producidos por el cambio de geometría en la entrada/salida del reactor

Este procedimiento se encuentra muy bien documentado e implica el estudio de una reacción electroquímica controlada por el transporte de materia.

En el electrodo de trabajo la reacción viene dada por:



En donde Ox es la especie oxidada en el seno de la disolución, n es el número de electrones transferidos y Red es la especie reducida.

Usando la ecuación (2) se puede obtener fácilmente el valor de k_m .

$$k_m = \frac{I_L}{A \cdot n \cdot F \cdot c} = \frac{D}{\delta_N} \quad (2)$$

en donde A es el área del electrodo (m^2), n el número de electrones transferidos, F la constante de Faraday ($96485 \text{ C} \cdot \text{mol}^{-1}$), c la concentración de las especies reaccionantes ($\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$), D el coeficiente de difusión de las especies reactivas ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) y δ_N el espesor de la capa de difusión de Nernst.

Por tanto, el valor de k_m depende directamente del espesor δ_N . En sistemas turbulentos el valor de k_m será superior que en sistemas laminares ya que δ_N será menor. Esto implica que el estudio de las intensidades limite a diferentes caudales de flujo de electrolito nos permitirá saber si el sistema estará operando en condiciones más o

menos turbulentas, ya que se podrán comparar valores de k_m , a mayor k_m mayor turbulencia.

Los valores de I_L se obtendrán a través de estudios de salto potencioestático para los que se utilizará una reacción test adecuada. En estos experimentos el potencial del electrodo se pasará de un valor a circuito abierto (cuando $I = 0$) hasta un valor en el que la reacción se encuentre operando bajo condiciones de control por transporte de materia. Al comienzo de cada experimento se observará que la corriente alcanza valores muy elevados, debidos a procesos no-farádicos e inmediatamente decaerá hasta un valor estable de I_L ^[1], (figura 3).

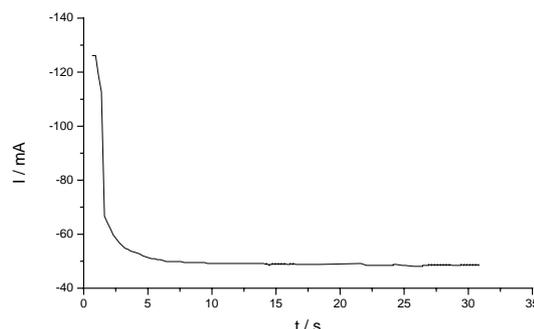


Figura 3: Clásica curva I vs. t para la determinación de I_L .

A fin de poder comprobar el predominio de los efectos entrada/salida en el reactor estudiado se realizaron estudios con distintas configuraciones del reactor filtro prensa, es decir, con el reactor con el compartimento de reacción vacío y con el mismo relleno de promotores de turbulencia. Estos son rejillas poliméricas inertes que suelen introducirse en los compartimentos de reacción a fin de romper el patrón de flujo en el mismo y generar turbulencia. Se verá que la inserción de dichos promotores en un reactor de pequeñas dimensiones genera exactamente el efecto opuesto al deseado y obtenido en reactores mayores, es decir, se obtendrán valores de k_m inferiores que con el compartimento vacío. Esto indicara claramente que el reactor se encuentra operando en un régimen más turbulento sin los promotores que con ellos, debido a los efectos entrada/salida, y la inclusión de los promotores

tan solo sirve para disminuir la turbulencia natural ya existente en vez de aumentarla.

Cuestiones previas

- ¿A qué se debe la existencia de los efectos entrada/salida presentes en reactores electroquímicos filtro-prensa?
- ¿En qué se basa la técnica de salto potencioestático? ¿A qué se deben los procesos no farádicos que se registran al comienzo de la experiencia de salto?
- Si un reactor filtro-prensa no tuviera un distribuidor de entrada o de salida para el flujo de electrolito, ¿Se producirían efectos entrada/salida?

Parte Experimental. Material, Reactivos y Procedimiento

Material y Reactivos

Reactor filtro-prensa (figura 4), sistema experimental, potencioestato, registrador X-Y, disolución CuSO_4 150 ppm.

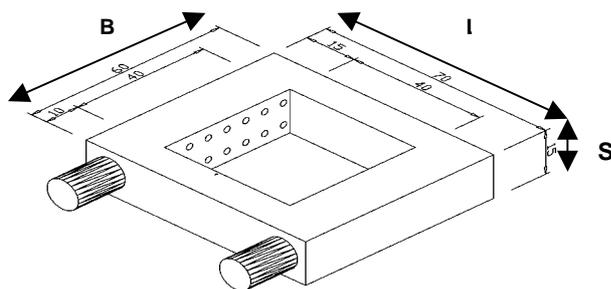


Figura 4: Dimensiones del reactor UA16.15.

Procedimiento

Se realiza el montaje experimental del sistema y del reactor filtro prensa como se indica en las figuras 5 y 6.

Se procede a preparar una disolución de CuSO_4 150 ppm y se llena el depósito con ella. Se acciona la bomba y se fija un caudal de trabajo. Conviene comenzar a trabajar desde caudales inferiores hasta caudales superiores.

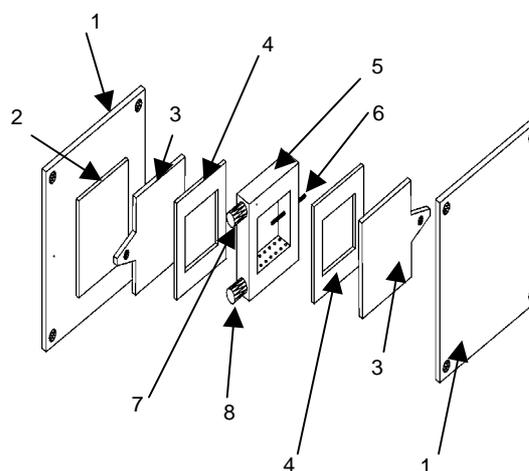


Figura 5: Esquema del montaje del reactor filtro prensa. 1) Placas de apriete; 2) Juntas poliméricas EPDM; 3) Electrodo de Cu; 4) Junta polimérica; 5) Compartimento UA16.15; 6) Luggin; 7) Salida de líquido; 8) Entrada de líquido

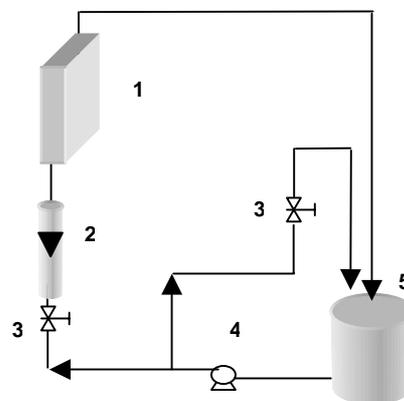


Figura 6: Esquema del montaje hidráulico. 1) Reactor (desglosado en la figura 5); 2) Caudalímetro; 3) Válvula; 4) Bomba; 5) Depósito

Una vez fijado el caudal se realiza la experiencia de salto potencioestático (-500 mV vs SCE). Se registra la curva de I vs tiempo. Acto seguido aumentamos el caudal y se repite el salto potencioestático.

Una vez finalizado el ultimo caudal sometido a estudio se para el sistema y se procede a su vaciado y desmontaje del reactor.

Se rellena ahora el compartimento de reacción con una clase de promotor de turbulencia y se repiten las experiencias de saltos potencioestáticos para diferentes caudales.

Se repite todo el proceso para dos o tres clases distintas de promotores de turbulencia.

Resultados y discusión

A partir de las mesetas obtenidas de las gráficas I vs t para cada configuración se pueden obtener los valores de I_L . Usando la ecuación (2) y, teniendo en cuenta que la reacción implicada es la de reducción de Cu^{2+} se obtienen los valores de k_m . Para cada caudal y cada configuración estudiada.

A continuación y sabiendo que:

$$k_m \propto \text{Re}^a \quad (3)$$

$$\text{Re} = \frac{v \cdot \rho \cdot d_e}{\mu} \quad (4)$$

$$d_e = \frac{B \cdot S}{2(B + S)} \quad (5)$$

en donde Re es el número de Reynolds, v es la velocidad lineal del fluido en el compartimento en la dirección de flujo ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$), ρ es la densidad ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$), d_e es el diámetro hidráulico del compartimento (m) definido por la ecuación (5) en donde B es el ancho del compartimento y S su espesor, μ es la viscosidad ($\text{Pa} \cdot \text{s}$).

Se representan los valores de k_m para cada configuración y caudal frente a Re en una gráfica doble logarítmica obteniendo la figura 7. Como se puede apreciar en la gráfica se obtienen valores mayores de k_m al trabajar con el compartimento vacío que con el compartimento lleno. Esto es debido a que esta célula se encuentra trabajando bajo la influencia de los efectos entrada salida que incrementan de manera natural su turbulencia. Al insertar en el compartimento promotores de turbulencia lo único que se consigue es minimizar esta turbulencia, posiblemente al generar una posible canalización del fluido a través de los promotores, obteniéndose unos resultados opuestos a lo deseado. Por tanto, los valores obtenidos en esta célula serán difícilmente

Figura 7: Representación doble logarítmica de k_m vs Re

escalables a otras de mayor tamaño ya que no se cumple la condición de haber alcanzado un patrón de flujo desarrollado y, por tanto, encontrarse operando en un régimen de flujo que, posteriormente, no se presentará o será despreciable en células con la misma geometría pero mayor tamaño en las que si que se pueda alcanzar el patrón de flujo totalmente desarrollado.

Cuestiones sobre la práctica

- ¿Como se esperaría que fueran las gráficas de k_m vs Re en un reactor industrial para las distintas configuraciones, es decir, con el compartimento de reacción vacío o lleno de promotores de turbulencia?

- ¿Qué nos indica el término adimensional Re? ¿Cuál es el fundamento de usar un diámetro equivalente (d_e) en vez del diámetro de la conducción de entrada al compartimento en el cálculo de Re?

- ¿Por qué se realiza el salto potencioestático a 500 mV vs SCE?

Bibliografía

- [1] Walsh, F.C., 1993, A First Course in Electrochemical Engineering, The Electrochemical Consultancy, Romsey, UK.
- [2] Goodridge, F. and Scott, K., 1995, *Electrochemical Process Engineering*, Plenum Press, London

