



Escola Politècnica Superior  
d'Enginyeria de Vilanova i la Geltrú

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA

# PROJECTE FI DE CARRERA

**TÍTOL: RECUPERACIÓN DE BORO MEDIANTE EXTRACCIÓN Y  
PROCESOS DE MEMBRANAS**

**AUTOR:** Maria Irene Gallego Latorre

**TITULACIÓ:** Enginyeria Tècnica Industrial, especialitat en Química Industrial

**DIRECTOR:** Dra. M. Teresa Coll Ausio

**DEPARTAMENT:** Enginyeria Química

**DATA:** 27 de juny del 2007

**TÍTOL: RECUPERACIÓN DE BORO MEDIANTE EXTRACCIÓN Y PROCESOS DE MEMBRANAS**

**COGNOMS:** Gallego Latorre

**NOM:** Maria Irene

**TITULACIÓ:** Enginyeria Tècnica Industrial

**ESPECIALITAT:** Química Industrial

**PLA:** 95

**DIRECTOR:** Dra. M. Teresa Coll Ausio

**DEPARTAMENT:** Enginyeria Química

**QUALIFICACIÓ DEL PFC**

**TRIBUNAL**

**PRESIDENT**

**SECRETARI**

**VOCAL**

**DATA DE LECTURA:**

Aquest Projecte té en compte aspectes mediambientals:  Sí  No

## PROYECTE FI DE CARRERA

### RESUM (màxim 50 línies)

En este proyecto se ha estudiado la posibilidad de extraer boro en forma de ácido bórico mediante extractantes neutros. En primer lugar se han realizado los experimentos de extracción líquido-líquido y después se han realizado pruebas de extracción mediante membranas planas soportadas.

Las pruebas de extracción líquido-líquido han permitido estudiar el comportamiento del boro ante diferentes extractantes neutros (*2,2,4-Trimethyl-1,3-pentanodiol* , *2-Butyl-2-ethyl-1,3-propanodiol*, *2-Ethyl-1,3-hezanodiol* y *2-Methyl-2,4-pentanodiol* , se ha variado su concentración y se han utilizado diferentes disolventes orgánicos y diferentes modificadores de fase a distintas concentraciones.

En este mismo sentido, también se han variado las condiciones de la fase acuosa para poder observar la influencia del pH y la concentración de boro en el proceso de extracción.

Una vez seleccionado el extractante y las condiciones óptimas a las que más eficacia de separación de boro se ha obtenido, se aplican éstas en membranas planas líquidas soportadas como mejora al proceso de extracción líquido-líquido.

Las pruebas preliminares realizadas han consistido en evaluar la permeabilidad del boro a través de la membrana para diferentes concentraciones de extractante.

Con los datos experimentales obtenidos durante las pruebas de extracción líquido-líquido, se ha modelizado la cinética de extracción, determinando así la relación estequiométrica del ácido bórico-extractante y la constante de extracción.

### Paraules clau (màxim 10):

Extracción líquido-líquido	Boro	BEPD	Stripping
Isoterma	Membrana líquida soportada	Permeabilidad	Constante de extracción

Agradecimientos:

En primer lugar quiero dar las gracias a mis padres y hermanos por el apoyo incondicional que he recibido siempre de ellos.

En segundo lugar agradecer a los profesores Teresa Coll y Agustí Fortuny por la ayuda y los conocimientos que me han aportado a la hora de realizar este proyecto, sin olvidar los buenos momentos que también he pasado con ellos.

También quería agradecer a mi compañera de laboratorio y amiga Anna, por todas las tardes que hemos pasado juntas en el laboratorio, que sin ella seguro que hubieran sido mucho más largas y aburridas. A Juana, con la que he pasado este último mes mano a mano redactando cada una nuestro proyecto, por el apoyo tan grande que he recibido de ella y las energías tan positivas que me ha transmitido. No me olvido de Marina, una gran amiga que también ha venido muchas tardes al laboratorio a hacerme compañía y ha estado conmigo en los buenos y malos momentos.

En general quiero dar las gracias a todas las personas con las que he estado durante mi paso por la universidad, guardo muy buenos recuerdos de todos, en especial a los que han estado en estos últimos meses a mi lado apoyándome y animándome cuando más falta me hacía.

También agradecer a mis amigos del pueblo, Caminreal, que en muchas ocasiones estar con ellos, ha sido una vía de escape para desconectar y pasar momentos inolvidables.

Por último quiero dar las gracias a Norman, por estar ahí siempre que me ha hecho falta y por hacerme ver que todo en esta vida tiene su parte positiva.

A todos vosotros muchas gracias.

<b>1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS.....</b>	<b>4</b>
<b>2. EL BORO.....</b>	<b>6</b>
2.1. BREVE COMENTARIO HISTÓRICO .....	6
2.2. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DEL BORO .....	6
2.3. TOXICIDAD DEL BORO.....	8
2.3.1. Toxicidad para el hombre .....	8
2.3.2. Efectos clínicos.....	8
2.3.3. Toxicidad para las plantas. ....	9
2.4. FUENTES Y COMPUESTOS .....	10
2.4.1. Acido bórico .....	11
2.4.2. Bórax .....	14
2.5. APLICACIONES INDUSTRIALES .....	14
<b>3. EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO.....</b>	<b>19</b>
3.1. INTRODUCCIÓN A LA EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO.....	19
3.2. FASES QUE INTERVIENEN EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN.....	20
3.2.1. Fase acuosa, FA.....	20
3.2.2. Fase orgánica, FO.....	21
3.3. PRINCIPIOS DE LA EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO.....	25
3.3.1. Rendimiento o eficacia de extracción, % E .....	25
3.3.2. Razón de distribución, D .....	26
3.4. APLICACIONES DE LA EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO .....	26

3.5. VENTAJAS E INCONVENIENTES .....	27
<b>4. PROCESOS MEDIANTE MEMBRANAS.....</b>	<b>28</b>
4.1. MEMBRANAS LÍQUIDAS .....	29
4.1.1. Membranas líquidas soportadas (SLM).....	31
4.1.2. Mecanismos de transporte de SLM: transporte facilitado .....	34
<b>5. PARTE EXPERIMENTAL.....</b>	<b>36</b>
5.1. MÉTODO ANALÍTICO DEL BORO.....	36
5.1.1. Determinación del Boro mediante espectrofotometría de absorción atómica .....	36
5.1.2. Método del azomethine mediante el espectrofotómetro de absorción molecular.....	38
5.1.3. Método del carmín.....	43
5.1.4. Método de análisis utilizado .....	43
5.2. ELIMINACIÓN DE BORO MEDIANTE EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO .....	44
5.2.1. Material utilizado.....	45
5.2.2. Equipamiento.....	45
5.2.3. Reactivos utilizados.....	48
5.2.4. Procedimiento.....	49
5.2.5. Ensayos y resultados.....	51
5.3. SEPARACIÓN DE BORO MEDIANTE PROCESOS DE MEMBRANA.....	77
5.3.1. Introducción.....	77
5.3.2. Material utilizado.....	77
5.3.3. Equipamiento.....	78

5.3.4.	Reactivos utilizados.....	78
5.3.5.	Procedimiento.....	79
5.3.6.	Ensayos y resultados.....	80
5.3.7.	Modelización de las membranas líquidas soportadas.....	81
5.3.8.	Conclusión.....	85
<b>6.</b>	<b>CONCLUSIONES GENERALES.....</b>	<b>86</b>
<b>7.</b>	<b>BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>88</b>
<b>8.</b>	<b>ANEXOS.....</b>	<b>90</b>

## 1. Introducción y Objetivos

En los últimos años la exigencia sobre la protección del medio ambiente es cada vez mayor ya que el vertido de contaminantes a las aguas aumenta de forma continua y paralela al desarrollo industrial. Sin embargo, el boro ha carecido de un control exhaustivo a pesar de sus múltiples aplicaciones.

Las principales fuentes de boro que justifican su presencia en las aguas superficiales son, los vertidos urbanos ricos en detergentes y productos de limpieza, los vertidos industriales que pueden provenir de un gran número de actividades diferentes y los diversos productos químicos utilizados en agricultura.

Según el anexo II de la Ley 26-20-93, num. 10/1993, establece un valor máximo instantáneo de vertido de 3 mg/l para el boro, prohibiendo la dilución para conseguir niveles de concentración que posibiliten su evacuación al sistema integral de saneamiento.

Este proyecto mayoritariamente experimental, se ha realizado en los laboratorios de Ingeniería Química de esta escuela. Su objetivo principal es la eliminación de boro de soluciones acuosas mediante diferentes técnicas de extracción.

Para ello en primer lugar, se ha estudiado la eficacia de extracción líquido-líquido con distintos extractantes, en diferentes condiciones de trabajo con la finalidad de hallar las condiciones idóneas para alcanzar la máxima extracción de este elemento. Esta operación se complementará con dos operaciones más, la de stripping, para separar el soluto de la fase orgánica y la del lavado, para poder reutilizar la fase orgánica.

Durante esta fase se han evaluado tanto los factores que puedan influir de la fase orgánica, esencialmente su composición y su reutilización, como los típicos de la fase acuosa. A partir de los valores obtenidos experimentalmente, se deduce el modelo matemático que permitirá predecir el comportamiento de la extracción líquido-líquido en cualquier condición de extracción líquido-líquido del sistema estudiado.

Durante los últimos años se han desarrollado los procesos de separación mediante membranas. Una alternativa a la extracción líquido-líquido tradicional es concretamente la extracción mediante membranas líquidas soportadas. En este proyecto se han realizado una serie de pruebas preliminares que permiten evaluar la posibilidad de su utilización para eliminar boro a escala industrial, ya que es una técnica que combina la extracción y el stripping en un solo paso y tiene muchas ventajas respecto a la extracción líquido-líquido.



La posibilidad de eliminar boro tiene actualmente dos campos muy distintos de aplicación:

- El primero, es eliminar el boro que hay en las aguas de lavado de taladrinas. Las taladrinas son empleadas mayoritariamente en la industria del mecanizado metálico, en la zona de contacto de la pieza y la herramienta con el objeto de refrigerar y/o lubricar, principalmente. Las taladrinas van perdiendo propiedades fisicoquímicas (taladrina agotada) debido al “stress” mecánico y térmico del proceso y también, por la acumulación de sustancias contaminantes que la van degradando con el tiempo. Las taladrinas agotadas están clasificadas como residuos peligrosos debido a que durante los procesos en los que intervienen, sufren alteraciones en su composición, arrastrando aceites y metales pesados, biocidas, nitrosaminas, compuestos de boro, etc. todos ellos de un alto poder contaminante. Una gran cantidad de ellas continúa siendo vertida a los cauces y colectores de saneamiento, con los consiguientes problemas y riesgos para el medioambiente y para la salud pública.
- En segundo lugar, el uso del agua de mar desalinizada para riego puede contener concentraciones altas de boro, ya que el agua de mar contiene entre 4 y 5 mg/L de boro. El agua de irrigación requiere unas concentraciones mínimas de boro, pero un exceso de boro es perjudicial para las plantas especialmente los cítricos que tienen un margen muy estrecho de concentración de boro permitida (0.3 y 0,5 mg/L de boro).

## 2. El Boro

### 2.1. Breve comentario histórico

Los compuestos que contienen boro se conocen desde la antigüedad, es el caso del bórax ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), sustancia a partir de la cual Homberg obtuvo el ácido bórico  $\text{H}_3\text{BO}_3$  en 1702.

No fue posible aislar el boro como elemento hasta 1808. Las investigaciones realizadas en ese año, por J.L. Gay-Lussac y L.T. Thénard en Francia y por H. Davy en Inglaterra, lograron el aislamiento casi simultáneo pero de forma independiente, de una forma impura del elemento no libre en la naturaleza, mediante reducción de su óxido ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) por el potasio. Este elemento recibió el nombre de boro, era un polvo negrozco, amorfo, de escasa pureza que fue la única forma de boro conocida hasta que en 1909, Weintraub obtuvo por primera vez boro fundido, al calentar una mezcla de  $\text{BCl}_3$  e  $\text{H}_2$  con un arco de corriente alterna.

### 2.2. Propiedades físicas y químicas del Boro

El boro ocupa el primer lugar del grupo III-A de la tabla periódica. Es un no metal ligero de número atómico 5. Es semiconductor y tiene propiedades químicas más semejantes al carbono o al silicio que a los otros elementos de su grupo. Es el único elemento de su grupo que es un no metal. La única propiedad metálica que conserva es el brillo que presentan sus cristales, de color rojo o negro. Su primer potencial de ionización es elevado y los dos siguientes mucho mayores, es decir, el boro es poco reactivo y no tiene tendencia a ceder electrones.

Se presenta en la naturaleza dos isótopos estables: el  ${}^5\text{B}^{10}$  (19,78 %) y el  ${}^5\text{B}^{11}$  (80,22 %). El elemento libre se prepara en forma cristalina o amorfa. La forma cristalina es un sólido quebradizo, muy duro.

El boro es inodoro e insípido; es insoluble en agua, alcoholes y soluciones de álcalis; es soluble en ácido nítrico y sulfúrico y en muchos metales fundidos como el aluminio, el calcio, el cobre, el hierro y el magnesio; el boro no se ve afectado por el aire a temperatura ambiente pero a temperaturas elevadas forma el nitruro BN y el óxido  $\text{B}_2\text{O}_3$ ; a temperatura ambiente reacciona con el flúor y si se calienta reacciona con el cloro, bromo y azufre. Es difícil producir boro de una pureza elevada ya que posee un punto de fusión muy alto y es muy reactivo.

La estructura electrónica del boro se describe como  $1s^2 2s^2 2p^1$ . Posee potenciales de ionización muy elevados, siendo muy difícil arrancarle sus electrones de valencia por lo que no existe química

asociada con la especie libre  $B^{3+}$ . El estado de oxidación estable es +3 que presenta una alta carga unida a un tamaño muy pequeño (radio iónico de 0,20 Å según Pauling 1960); esta situación facilita la inmediata polarización de los átomos vecinos y la transferencia de la densidad electrónica hacia el boro, es decir, la situación favorecida energéticamente es la compartición electrónica. Por lo tanto, los compuestos de boro son fundamentalmente de naturaleza covalente y se forman gracias a que en el estado excitado, el átomo desaparece sus electrones ( $1s^2 2s^2 2p_x^1 2p_y^1$ ) y forma orbitales híbridos  $sp^2$ . Así, se facilita la constitución de tres enlaces covalentes. Al boro le faltan todavía, dos electrones ( $2p_z^0$ ) para completar el octeto y formar estructura de gas noble; al tener un orbital totalmente vacío, tiene tendencia a actuar como aceptor para formar un cuarto enlace, se comporta como un ácido de Lewis. Por lo tanto, los compuestos con enlace trivalente pueden formar estructuras tetracoordinadas dotadas de una carga variable según la naturaleza de los ligandos. Cuando el boro forma solamente tres enlaces covalentes, éstos están dirigidos hacia los vértices de un triángulo equilátero en el mismo plano que el boro. Cuando se forma un cuarto enlace, la disposición en el espacio es tetraédrica.

En la tabla 2.1 se muestran las propiedades más relevantes del boro.

**Tabla 2.1. Propiedades del boro**

BORO	
Símbolo	B
Número atómico	5
Peso atómico (g/mol)	10,811
Valencia	3
Estado de oxidación	+3
Configuración electrónica	1s22s22p1
Densidad (g/cm3)	2,34
Dureza (Mohs)	9,3.
Punto de ebullición (°C)	4002
Punto de fusión (°C)	2300
Entalpía de fusión (kJ/mol)	22,18
Entalpía de vaporización(kJ/mol)	480
Volumen atómico (cm3/mol)	4,6
Estructura cristalina	romboédrica

## **2.3. Toxicidad del boro**

De forma general se puede decir que la tendencia del boro a acumularse en los tejidos animales y vegetales constituye un riesgo potencial para la salud de aquellos que consuman alimentos y aguas con altos contenidos en boro.

### **2.3.1. Toxicidad para el hombre**

La toxicología general del boro es poco pronunciada, ciertos derivados son irritantes especialmente para los ojos y las mucosas gástricas. Los boratos no son ni mutagénicos ni carcinogénicos.

Además, en el hombre, se puede decir que los compuestos de boro no son metabolizables y que no se acumulan en el organismo, a excepción de leves depósitos en los huesos.

Por otro lado, la exposición individual al boro por contacto con productos, como los detergentes, es despreciable ya que el boro se absorbe débilmente a través de la piel sana y el riesgo de exposición por inhalación es también débil. Por consiguiente, la fuente principal de exposición diaria al boro de cada persona es a través de la absorción por vía alimentaria: dieta y agua potable.

### **2.3.2. Efectos clínicos.**

El ácido bórico se absorbe bien a través del canal gastrointestinal, de las heridas abiertas y de las cavidades serosas. El borato se distribuye a través del cuerpo con afinidad por el cerebro, el hígado y el riñón. El 50 % del ácido bórico es excretado en la orina después de 12 horas y el resto se elimina durante un periodo de 5 a 7 días,

Son escasas las intoxicaciones severas y fatales después de una ingestión oral aguda de ácido bórico o boratos pero son más frecuentes después de una aplicación dermal sobre la piel raspada o quemada, o después de una ingestión crónica o múltiples exposiciones. La muerte sobreviene por lesión renal y conmoción y colapso circulatorio que ocurre varios días después de la ingestión. En el caso de aplicaciones dérmicas, la toxicidad puede ser retrasada algunas horas, las manifestaciones dermatológicas pueden necesitar de 3 a 5 días para desarrollarse completamente.

Los niños son más susceptibles de sufrir una intoxicación que los adultos.

Es de destacar el hecho de que, estudios recientes de exposición subcrónica y crónica de ácido bórico y bórax sobre animales de laboratorio (ratones, ratas, conejos y perros) han demostrado claramente que los efectos tóxicos del boro se manifiestan esencialmente a nivel de reproducción. Después de una exposición repetida a dosis elevadas de ácido bórico o bórax sobre estos animales, se han observado efectos sobre la fertilidad y el desarrollo de los fetos. Los síntomas por intoxicación son:

- Síntomas gastrointestinales: náuseas, vómitos, diarrea, son los más comunes después de una exposición de cualquier tipo
- Lesión renal: no es común, salvo en intoxicaciones severas o ingestión crónica
- Hipotermia o hipertermia
- Hipotensión y fibrilación atrial. Shock y colapso después de varios días de exposición
- Insomnio, debilidad, irritación, convulsiones; habitualmente después de exposiciones crónicas o múltiples
- Oliguria, anuria, insuficiencia renal; después de varios días de exposición
- Acidosis metabólica tras ingestión de aproximadamente 280 g de ácido bórico
- Erupción cutánea eritematosa, descamación; en las palmas, plantas de los pies y nalgas
- Aumento de la excreción de riboflavina

### **2.3.3. Toxicidad para las plantas.**

El boro es un elemento esencial en la nutrición y crecimiento de las plantas pero existe una dualidad micronutriente-tóxico de tal forma que se requiere una concentración mínima para la supervivencia de la planta pero una concentración excesiva produce efectos negativos y disminuye el rendimiento de la producción. Además, el margen entre deficiencia y toxicidad es estrecho y diferente para cada planta. La tolerancia de las distintas especies de plantas está en función de su velocidad de acumulación de boro y no en la resistencia de los distintos tejidos a la toxicidad; así, las plantas tolerantes acumulan boro a una velocidad muy baja mientras que las plantas sensibles lo hacen muy rápidamente. Puede observarse que los cítricos y los frutales son las especies más sensibles. Existen, así, unos niveles óptimos de boro para cada cultivo, suelo y en las aguas de regadío.

Las carencias de boro en las plantas se manifiestan, generalmente, a través de falta de vigor y del debilitamiento de las yemas terminales y de las hojas jóvenes. Las hojas van perdiendo su color verde, muestran manchas cloróticas irregulares, se retuercen y deforman, presentan necrosis y acaban por morir.

## 2.4. Fuentes y compuestos

El boro no se encuentra libre en la naturaleza. Las fuentes de boro provienen de sus variadas especies minerales.

Es posible encontrar boro en concentraciones de alrededor de 10 mg/kg en la corteza terrestre y alrededor de 4,5 mg/l en los océanos. Esto hace que ocupe el 38º lugar en abundancia en la corteza terrestre.

En la tabla 2.2 se recogen las fuentes de obtención de boro más importantes. En ella se puede observar el porcentaje de óxido bórico, que es el indicador de la riqueza en boro del mineral. Los cuatro primeros minerales que hay en la tabla, son los más explotados en el ámbito industrial.

**Tabla 2.2. Principales fuentes del boro**

Nombre	Fórmula	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Países
<b>Tincal</b>	Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> ·10H <sub>2</sub> O	36,5	EEUU, Turquía
<b>Colemanita</b>	2CaO·3B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·5H <sub>2</sub> O	50,9	Turquía, Argentina
<b>Kernita</b>	Na <sub>2</sub> O·2B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·4H <sub>2</sub> O	50,9	EEUU
<b>Ulexita</b>	Na <sub>2</sub> O·2CaO·5B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·16H <sub>2</sub> O	43	Turquía, Chile
<b>Hidroboraquita</b>	CaO·MgO·3B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·6H <sub>2</sub> O	50,5	Argentina
<b>Szaibelita</b>	2MgO·B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·H <sub>2</sub> O	41,4	China

En la tabla 2.2 también aparecen los países que cuentan con las mayores reservas de estos minerales.

Los principales compuestos derivados de los minerales anteriormente enunciados, se recogen en la tabla 2.3, así como su contenido porcentual en óxido bórico y los países productores.

**Tabla 2.3. Principales compuestos de boro**

Nombre	Fórmula	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Países
<b>Bórax pentahidratado</b>	Na <sub>2</sub> O·2B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·5H <sub>2</sub> O	47,8	EEUU, Turquía
<b>Bórax decahidratado</b>	Na <sub>2</sub> O·2B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·10H <sub>2</sub> O	36,5	EEUU
<b>Acido bórico</b>	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	56,3	EEUU, Turquía, Chile
<b>Bórax anhidro</b>	Na <sub>2</sub> O·2B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	69,2	EEUU
<b>Óxido bórico</b>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	100	EEUU

A continuación se va a describir los principales derivados del boro:

#### 2.4.1. Acido bórico

La aplicación más importante de los boratos de sodio y de calcio naturales es, sin duda, la producción de ácido bórico.

El ácido bórico se obtiene mediante la descomposición del mineral con ácido sulfúrico y separando el sulfato metálico subproducto mediante cristalización fraccionada. En la figura 2.1 puede observarse la interrelación de los distintos compuestos y procedimientos para la obtención de ácido bórico.

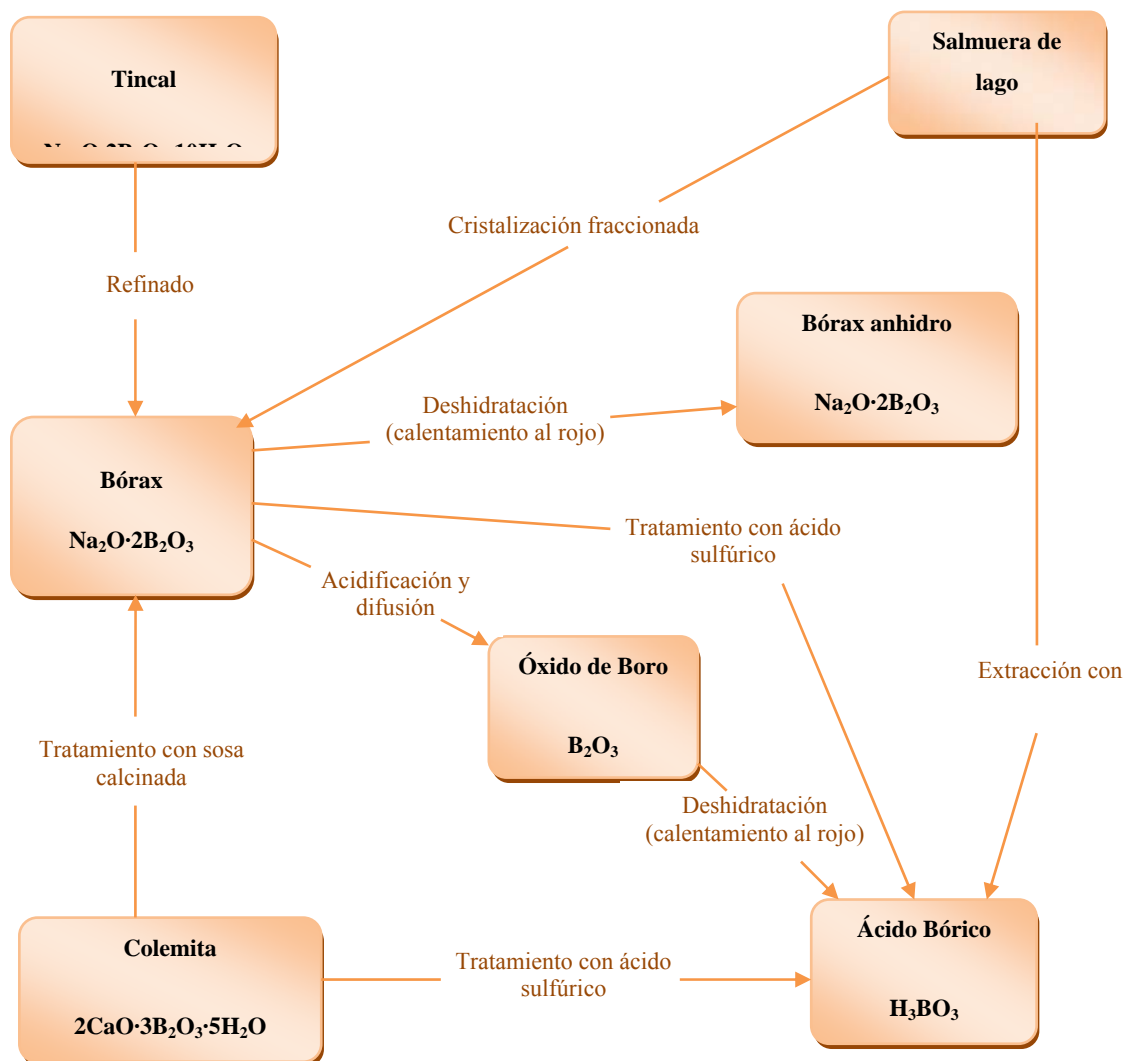


Figura 2.1. Obtención de ácido bórico

Este ácido presenta una estructura plana triangular figura 2.2 compuesta por moléculas de  $B(OH)_3$  unidos por puentes de hidrógeno, formando numerosas capas que le confieren unas propiedades lubricantes parecidas a las del grafito. Cada boro emplea orbitales híbridos  $sp^2$  para la formación de enlaces con los oxígenos de los grupos hidroxilos.



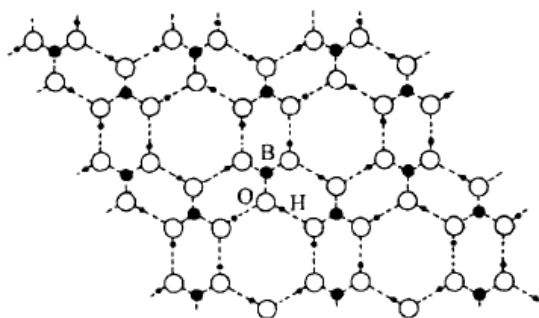


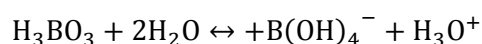
Figura 2.2. Estructura del ácido bórico

El ácido bórico es estable, relativamente soluble en agua, aumentando su solubilidad al elevar la temperatura, tal como se puede ver en la tabla 2.4.

Tabla 2.4. Solubilidad del ácido bórico con la temperatura

Tª / °C	0	15	20	25	50	75	100
Peso / % H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	2,70	4,17	4,65	5,44	10,24	17,41	27,53

Es un ácido muy débil con un pK de 9,2 y por lo tanto, tiene muy poca tendencia a ceder protones en disolución acuosa. Se comporta más como ácido de Lewis al tener un orbital estable no ocupado. La disociación del ácido bórico ha sido intensamente estudiada. La opinión general indica que el B(OH)<sub>3</sub> no se ioniza separando un protón de la molécula y formando el anión H<sub>2</sub>BO<sub>3</sub><sup>-</sup>, sino que se forma B(OH)<sub>4</sub><sup>-</sup> y H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> por adición de un OH<sup>-</sup>, comportándose como un ácido, en el sentido más general, tal como los definió Lewis. El ion borato B(OH)<sub>4</sub><sup>-</sup> en las soluciones acuosas presenta una estructura en tetraedros. Las disociaciones segunda y tercera no son importantes para explicar las reacciones que tienen lugar en los medios con un pH inferior a 13. De esto se puede deducir que para explicar la gran mayoría de los casos prácticos que ocurren en las aguas, suelos, sólidos... bastan las especies B(OH)<sub>3</sub> y B(OH)<sub>4</sub><sup>-</sup>.



### 2.4.2. Bórax

Los tipos de aniones más frecuentes en los boratos son los ortoboratos, los triboratos, los tetraboratos y los pentaboratos.

El bórax es un tetraborato:  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  que suele llevar entre 5 y 10 moléculas de agua de hidratación. También se formula como  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . El anión está constituido por dos heterociclos de boro, oxígeno e hidroxilos, unidos entre sí. Dos moléculas de boro tienen coordinación tres con estructura plana y los otros dos coordinación cuatro con disposición espacial tetraédrica.

El bórax forma cristales incoloros grandes, que por calentamiento forman una masa vítrea de composición  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_5\text{O}_{4/2}$ . Es decir, los  $\text{OH}^-$  se convierten en dos moléculas de agua y dos oxígenos, éstos comparten boro soldando los restos del primitivo anión tetraborato. La transformación se realiza alrededor de los 400 °C. Posteriormente, la masa se convierte en un vidrio fluido a 878 °C. Así, tiene gran capacidad, al igual que otros compuestos oxigenados de boro, para disolver óxidos metálicos, formando productos vítreos de color característico según el tipo de metal. Esta propiedad le hace útil en soldadura y recubrimientos ya que permite eliminar el óxido existente en la superficie del metal.

## 2.5. Aplicaciones industriales

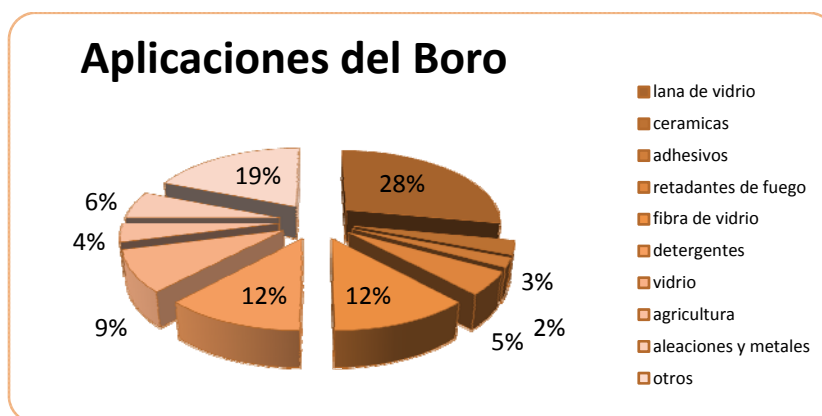
El ácido bórico y sus derivados se utilizan como materia prima portadora de boro en un gran número de procesos industriales, esto es posible por las buenas y variadas propiedades de dichos compuestos.

En la tabla 2.5 puede, a su vez, observarse los principales compuestos refinados de boro y sus principales aplicaciones industriales.

**Tabla 2.5. Aplicaciones de los principales compuestos de boro**

Nombre	Fórmula	Aplicaciones
<b>Bórax pentahidratado</b>	$\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Fertilizantes, cerámicos, fibra de vidrio, metalurgia, detergentes
<b>Bórax decahidratado</b>	$\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	Aplicaciones nucleares, adhesivos, detergentes
<b>Acido bórico</b>	$\text{H}_3\text{BO}_3$	Retardantes al friego, vidrio, insecticida, aplicaciones nucleares
<b>Bórax anhidro</b>	$\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$	Cerámicas, fritas, vidrio
<b>Óxido bórico</b>	$\text{B}_2\text{O}_3$	Fritas, cerámicas

En la figura 2.3 se observa los porcentajes de boro en función de los usos. Puede observarse que destaca su uso en la fabricación de compuestos de vidrio seguido de la utilización en las formulaciones de los productos de limpieza.



**Figura 2.3. Porcentajes de aplicaciones del boro según sus utilidades**

A continuación se van a describir detenidamente las aplicaciones más relevantes para los derivados del boro:

- **Vidrios y esmaltes**

La industria vítrea (vidrios, cerámica, esmaltes) es una de las mayores consumidoras de compuestos de boro con casi la tercera parte de la producción total de boratos.

En la fabricación del vidrio de borosilicato y otros similares, es esencial el  $B_2O_3$  contenido en el bórax para facilitar la fusión, el afinado y la conformación; para evitar la desvitrificación, para comunicarles el bajo coeficiente de dilatación que les es característico (vidrio tipo pyrex) y para mejorar algunas propiedades como el color, la durabilidad, la dureza, el brillo y la resistencia de los artículos acabados. El óxido bórico es igualmente esencial en la fabricación de vidrio óptico para poder obtener el índice de refracción necesario. Para mantener la relación adecuada álcali - ácido se añaden cantidades sustanciales de ácido bórico, además del bórax.

El bórax y el ácido bórico se usan en la producción de envases de vidrio, artículos novedosos de cristal, vidrio para la construcción, vidrio plano, vidrio de laboratorio y farmacéutico, fibra de vidrio (aislamiento, textil), esmaltes y recubrimientos vitreos, loza, porcelana decorativa e industrial, etc.

- **Metalurgia y soldadura**

La producción total de aleaciones de boro es de varios miles de toneladas al año, aunque el contenido en boro de alguna de ellas es bastante bajo. La aleación ferrobora conteniendo un 15 % de boro es, probablemente, la más importante. El boro presente en los aceros aumenta su templabilidad, para ello se emplean cantidades muy pequeñas, nunca mayores del 0,003% como es el caso de determinadas herramientas de corte. El boro actúa, también, como acelerador del recocido de las piezas de hierro maleable y permite maleabilizar hierros que contienen una cantidad de cromo disperso que haría imposible el recocido. El boro aumenta la resistencia a la corrosión.

El uso y aprovechamiento del bórax debido a su facilidad para formar poliestructuras data de la era anterior a Cristo. Debido a su acción disolvente sobre los óxidos metálicos, se emplea bórax como componente de los fundentes para soldadura y como agente de limpieza en la refinación y fusión de muchos metales no férreos al disolver los óxidos metálicos de las superficies. Se usa especialmente en la fabricación de joyas metálicas. Recientemente se ha empleado el bórax, en lugar de la cal, para revestir el alambre de acero cuando se estira en seco.

- **Recubrimientos superficiales**

La industria de los galvanizados y electrochapados utiliza ampliamente los compuestos de boro. El ácido bórico se añade a los baños de determinados recubrimientos superficiales de Ni, Cd, latón, Zn... teniendo los siguientes objetivos: reduce la tendencia a formar depósitos quemados, controla el pH de la capa catódica (manteniéndolo en un rango de valores entre 5 y 6) y reduce las formaciones gaseosas en el cátodo. También se emplea  $BF_4^-$  como contra ion para facilitar la conductividad en el seno del baño.

- **Detergentes**

La industria de los detergentes y productos de limpieza consume, aproximadamente un tercio del total de la producción de boratos. Los compuestos que se utilizan son los de la familia del bórax y los perboratos. El bórax se describe como un acondicionador del agua que hace más efectivo el trabajo de los jabones y tensoactivos al solubilizar las proteínas y otras manchas de productos naturales. Por otro lado, el perborato sódico se utiliza ampliamente como blanqueante ya que al contacto con el agua da lugar a la formación de peróxido de hidrógeno que posee un fuerte poder oxidante. Los compuestos de boro, también, pueden formar parte de las formulaciones para pastas de dientes en las que actúan como agentes antisarro y como disoluciones reguladoras del pH.

- **Agricultura**

El boro juega un papel importante en agricultura. En concentraciones relativamente elevadas es un producto tóxico y el bórax se puede usar como herbicida, sólo o mezclado con clorato sódico. Además, previene los riesgos de incendio de la vegetación muerta y seca. También, muchos insectos son alérgicos a los boratos, estos compuestos se usan para el control de plagas en bosques y cultivos y de insectos como cucarachas y pulgas.

Otro uso, en el que el boro no puede ser reemplazado por otros compuestos, es como elemento traza para el crecimiento de muchas plantas. Así, el bórax y la colemanita se usan como componentes de fertilizantes y pulverizadores foliares y en la fabricación de agentes de control de crecimiento biológico.

- **Farmacia**

El ácido bórico se emplea en muchos preparados farmacéuticos en que es necesaria una acción débilmente bacteriostática o antiséptica, en particular para aplicaciones y lavados externos. El agua boricada (solución débil de ácido bórico) es, desde hace años un remedio casero para lavados de ojos (colirios) y para tratar cortaduras y heridas de poca importancia, y también para la esterilización de artículos infantiles.

Por último, el ácido bórico y el bórax se utilizan como conservantes de los productos farmacéuticos y sobre todo de los cosméticos por su acción inhibidora de la ureasa.

- **Industria nuclear**

El  $B^{10}$  se emplea como moderador neutrónico apareciendo como  $HBO_2$ . La concentración varía entre un máximo de 1200 ppm y un mínimo de 50 ppm. El ácido bórico tiene dos funciones: reaccionar con  $CsOH$  y  $CsI$  para dar  $CsBO_2$  e  $HI$ , y actuar como centros o núcleos de condensación de productos de fisión, al condensar los vapores de boro.

- **Industria orgánica**

El mayor uso del ácido bórico en petroquímica es como catalizador (debido a su reactividad con los polialcoholes) en los procesos de oxidación con aire de los hidrocarburos parafínicos hasta los correspondientes alcoholes y cetonas, tales como ciclohexanol y ciclohexanona, necesarios para la síntesis de poliamidas (nylon 6,6).

Otros muchos compuestos de boro como los haluros (aceptores de lewis - núcleo filos), los boranos, boruros, organoboranos, etc, son ampliamente utilizados en química orgánica, bien como reactivos, como catalizadores o como intermediarios de reacciones.

- **Otros usos**

Existen numerosas aplicaciones que requieren compuestos de boro en las que el consumo es bastante más bajo que en las anteriormente vistas. Así, en solución acuosa el boro es un excelente tampón e inhibidor de la corrosión por lo que se usa desde hace años en la refrigeración de los automóviles siendo compatible con el etilenglicol que se usa como anticongelante. La mezcla de ácido bórico-bórax es un importante retardante de la combustión de materiales celulósicos como el algodón o la madera, además boratos de metales de transición como el borato de zinc se utilizan como pigmentos en pinturas especiales contra el fuego. El bórax se usa en fotografía debido a su carácter tamponante y en la fabricación de adhesivos, y junto con el borato de bario se usa como pigmento en la fabricación de pinturas de naturaleza fungistática para exteriores y ambientes húmedos.

Y por último, el boro es la base de un importante número de materiales con excepcionales propiedades pero que presentan elevados costes de fabricación. Tal es el caso del carburo y nitruro de boro con una dureza como la del diamante, gran estabilidad física y química y con interesantes propiedades refractarias, se usan como lubricantes y abrasivos al igual que el grafito, en electrónica, en aplicaciones militares y espaciales. El boro metálico y el carburo de boro se fabrican en forma de fibras y se utilizan en la fabricación de modernos y ligeros composites que presentan una gran dureza y resistencia, su aplicación principal es en la fabricación de estructuras espaciales. Finalmente, el boro es uno de los dopantes utilizados en la industria de los semiconductores de silicio.

### 3. Extracción líquido-líquido

#### 3.1. Introducción a la extracción líquido-líquido

La extracción líquido-líquido es una operación básica de transferencia de materia, se basa en la distribución de uno o varios solutos entre la fase acuosa y orgánica cuando éstas se encuentran en contacto íntimo. La eficiencia del extractante depende de la afinidad de éste por el soluto a extraer, de la relación de volúmenes de las dos fases, del número de extracciones y de la insolubilidad de éste en la fase acuosa.

Una vez se han puesto en contacto las dos fases y el soluto se ha repartido, la fase donde se encuentra el extractante y el soluto se le denomina *extracto*, mientras que la fase donde se ha extraído el soluto y por tanto, la concentración de este es menor, se denomina *refinado*.



**Figura 3.1. Esquema de transferencia de masa de dos fases**

La extracción puede producirse tanto por un proceso físico como químico. En el primer caso, la extracción se produce por difusión o por solubilización del soluto en la fase orgánica. En cambio, en un proceso químico se producen reacciones químicas entre el soluto y el extractante.

El proceso de extracción se realiza en dos etapas. En la primera, las dos fases se ponen en contacto, se mezclan y se produce la transferencia de soluto de la fase acuosa a la orgánica, mientras que en la segunda etapa es la separación de las dos fases mediante decantación.

Después de realizar la extracción y la separación de las dos fases, se ha de completar la extracción con dos operaciones más con el fin de recuperar el soluto y reutilizar la fase orgánica:

- El proceso de *stripping* o de re-extracción, consiste en extraer el soluto del extracto añadiendo una nueva fase acuosa y poniéndola en contacto íntimo mediante agitación, para su posterior separación.
- El proceso de *lavado* no siempre es necesario, pero en algunos casos se realiza para acabar de separar las impurezas que pueden haber quedado en el extracto, después del stripping, y para volver a tener el extractante en las condiciones iniciales y poder reutilizar nuevamente la fase orgánica, en este sentido el lavado es una etapa de acondicionamiento del extractante.

### 3.2. Fases que intervienen en el proceso de extracción

#### 3.2.1. Fase acuosa, FA

La FA es la fase donde se encuentra el o los solutos que se quieren extraer. Puede contener ácidos, bases, sales inorgánicas que pueden proceder:

- Del tratamiento previo a que ha sido sometida la muestra
- De la adición intencionada para favorecer la extractabilidad de un determinado soluto o para impedir la extracción de otros.

En este caso el soluto a extraer es el boro y se elimina de la fase acuosa en forma de ácido bórico.

En la fase acuosa se han de controlar los siguientes factores ya que pueden influenciar en sus propiedades y en el proceso de extracción en general:

- *Agentes salinos*

Los agentes salinos son sales inorgánicas que se utilizan para favorecer el paso del soluto a la fase orgánica. La concentración de sales en la FA es a veces insuficiente, por esto es recomendable el uso de sales como NaCl, KCl, NaClO<sub>4</sub>, etc., que se añaden para favorecer la solvatación.

Como agente salino se ha utilizado el NaCl que actúa aumentando la densidad de la fase acuosa y así se separan más rápidas y mejor las dos fases, debido a la diferencia de densidades de ambas y se evita la formación de emulsiones que dificultan la separación.



- *El pH*

Es importante conocer el pH de la disolución acuosa en el proceso de extracción ya que puede influir en el proceso. Se pueden utilizar reactivos ácidos o básicos, o soluciones tampón, para variar el pH de la FA y mejorar así la extracción. En función del pH de la fase acuosa, los compuestos que forman el soluto pueden ser diferentes por lo tanto, es necesario acondicionar el pH de la fase acuosa que favorezca la especie de soluto que se desea extraer.

En este caso, los extractantes no modifican el pH de la fase acuosa, ya que, son neutros y en la extracción no se produce liberación de protones. En el caso de la extracción de soluto la fase acuosa tiene que estar en condiciones ácidas o neutras ya que a pH básicos se forman boratos y los extractantes no pueden extraer boro en esta forma-

- *La Temperatura*

La temperatura es un factor importante en cualquier método distributivo, pero en general las técnicas de extracción no se modifican sustancialmente entre 18° y 30°, que es el margen normal de temperatura ambiente en un laboratorio.

### **3.2.2. Fase orgánica, FO**

Es la fase que, en contacto con la acuosa, permite la separación de los solutos sometidos al proceso de extracción. Se trata de un líquido orgánico inmiscible con el agua que tiene carácter no disociante, y con él reaccionan sustancias orgánicas no ionizadas, sustancias inorgánicas covalentes, pares iónicos, quelatos metálicos, etc. Es frecuente que en la FO contenga varios compuestos, que son el extractante, el disolvente orgánico y el modificador de fase

### 3.2.2.1. Agente extractante

El extractante es el compuesto responsable de la transferencia de soluto desde la fase acuosa a la fase orgánica. La concentración del agente extractivo en la fase orgánica es un dato importante. A veces se usa una cantidad prácticamente estequiométrica, aunque se recomienda siempre un exceso, que no debe ser elevado para evitar reacciones secundarias.

Las características que debería tener un buen extractante son:

- gran capacidad de extracción del elemento a eliminar
- selectividad hacia la especie química a extraer
- velocidades de extracción y re-extracción aceptables
- extracción del analito a pH deseado
- ser soluble en la fase orgánica y relativamente insoluble en las fases acuosas ser soluble en disolventes alifáticos o aromáticos
- baja volatilidad y toxicidad
- ser relativamente económico

Pero es difícil encontrar extractantes que cumplan todos estos requisitos, ya que algunos son incompatibles entre sí.

Desde el punto de vista químico, los extractantes se pueden clasificar en tres grupos principales: ácidos, básicos y neutros.

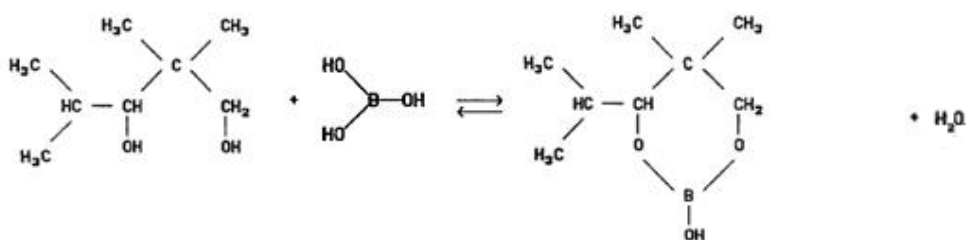
- Los **extractantes ácidos** incluyen dos tipos de extractantes: los ácidos y los quelatos. Los primeros contienen grupos como  $-\text{COOH}$ ,  $-\text{SO}_3\text{H}$ , etc. Y los segundos contienen grupos donadores capaces de formar complejos con iones metálicos. Algunos ejemplos son, por lo que se refiere ácidos: ácidos carboxílicos, ácidos o-alquilfosfóricos, ácidos alquilfosfónicos, y por lo que se refiere a quelatos: hidroxioximas y derivados de 8-hidroxiquinoleínas.
- Los **extractantes básicos** son reactivos orgánicos que pueden formar fácilmente una sal en contacto con una fase acuosa ácida. Se trata de aminas (primarias, secundarias y terciarias) y sales de amonio cuaternario ( $\text{R}_4\text{N}^+$ ). La extracción se basa en un intercambio aniónico.
- Los **extractantes solvatantes o neutros**, son reactivos orgánicos con grupos donadores que no contienen protones que se puedan disociar. Como no hay grupos catiónicos ni aniónicos, las especies se extraen de la fase acuosa en forma de complejos neutros.

Se diferencian dos grupos: los reactivos orgánicos, que contienen oxígeno unido a un carbono, como éteres, ésteres, cetonas o alcoholes, y los que contienen oxígeno o azufre unidos al fósforo, como alquilfosfatos o alquiltiofosfatos.

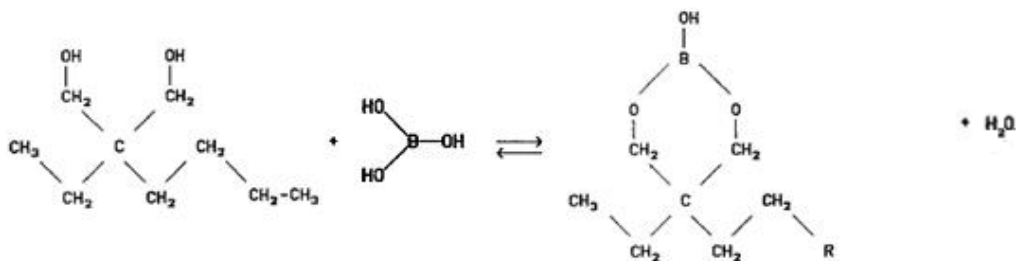
En este proyecto los extractantes utilizados son: *2,2,4-Trimethyl-1,3-pentanodiol (TMPD)*, *2-Butyl-2-ethyl-1,3-propanodiol (BEPD)*, *2-Ethyl-1,3-hezanodiol (EHD)* y *2-Methyl-2,4-pentanodiol (MPD)*. Los cuatro son dioles, extractantes neutros.

La reacción de estos extractantes con el ácido bórico:

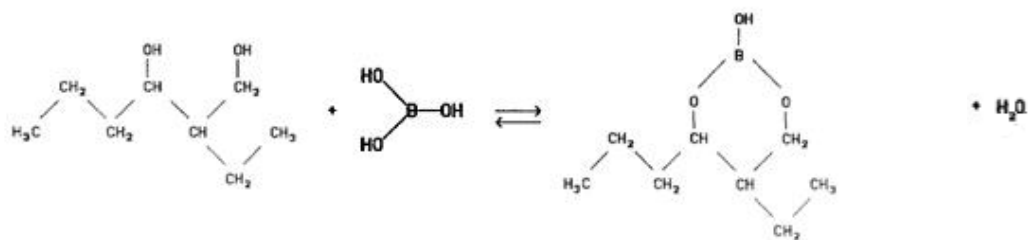
Reacción del extractante TMPD



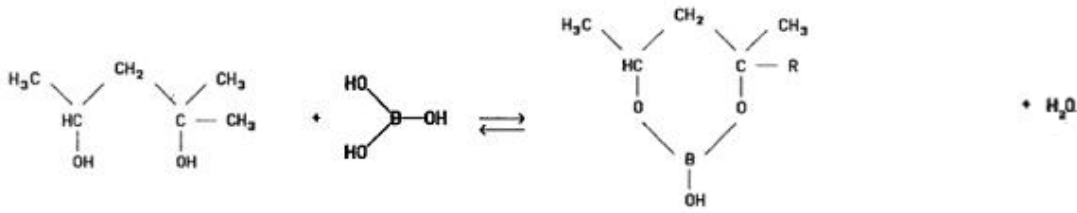
Reacción del extractante BEPD



Reacción del extractante EHD



Reacción del extractante MPD



Todos ellos son muy selectivos para la extracción de ácido bórico ya que, la distancia entre los dioles es la idónea para que la molécula de ácido bórico se pueda colocar y reaccionar.

### 3.2.2.2. Disolvente orgánico

El disolvente orgánico es un líquido orgánico inmisible en la FA que contiene el agente extractante, y que generalmente tiene un papel inerte en la extracción, aunque en algunos casos se ha demostrado su participación activa: mejora las propiedades extractivas (selectividad, etc.) del extractante. Los hidrocarburos alifáticos y aromáticos se usan mucho para estos fines.

Normalmente el disolvente orgánico se encuentra en mayor proporción respecto al resto de elementos que componen la FO. Sirve para disminuir la viscosidad de la fase orgánica, permite que fluya fácilmente, y facilitar el contacto de las dos fases y para reducir la concentración de extractante.

La principal característica que debe poseer un disolvente orgánico para su empleo en el proceso de extracción líquido-líquido es su baja solubilidad y reactividad con el agua. Adicionalmente son aconsejables otras propiedades tales como:

- Capacidad de disolver el extractante y que no se disuelva en la fase acuosa
- Viscosidad y densidad bajas para originar una correcta separación de fases
- Baja tendencia a formar emulsiones
- Alta estabilidad química
- No poseer carácter tóxico y tener un punto alto de inflamación

En este proyecto se ha trabajado con un disolvente alifático, el queroseno, y con uno aromático, el solvesso 200. Sus características se especifican en el anexo D

### 3.2.2.3. *Modificador de fase*

Un modificador de fase es una sustancia orgánica disuelta en la fase orgánica que mejora sus propiedades, optimizando la separación de las fases, ayudando a la reutilización de la fase orgánica y mejorando concentración de soluto extraído.

- Mejorar la solubilidad de agente extractante.
- Mejorar sus propiedades interfaciales
- Ejercer un efecto sinérgico en la extracción.

Debe delimitarse su concentración, ya que un exceso puede alterar el proceso extractivo.

En este caso se han utilizado tres tipos de modificadores: decanol, dodecanol y Tributyl phosphate (TBP).

## 3.3. Principios de la extracción líquido-líquido

### 3.3.1. Rendimiento o eficacia de extracción, % E

El rendimiento del proceso de extracción, se define como el porcentaje de concentración total de soluto extraído, que se encuentra en la FO en relación, a la concentración de soluto que hay inicialmente en la fase acuosa, es a decir:

$$\% E = \frac{[B]_{\text{orgánico}}}{[B]_{\text{inicial}}} \cdot 100$$

El rendimiento del proceso de stripping, se define como el porcentaje de la concentración de soluto recuperado de la fase orgánica en relación al soluto que se ha extraído durante la extracción.

$$\% S = \frac{[B]_{\text{acuoso}}}{[B]_{\text{orgánico}}} \cdot 100$$

### 3.3.2. Razón de distribución, D

Para poder aplicar la ley de distribución es imprescindible llegar al equilibrio de las dos fases. Los procesos de extracción son en general suficientemente rápidos para hacer que esta variable no tenga importancia práctica. El equilibrio de distribución se consigue en la mayoría de los casos, siempre que se realicen con una agitación adecuada.

No obstante, existen algunos sistemas extractivos en los que el proceso es lento y las consideraciones cinéticas constituyen una importante contribución al estudio y aplicaciones de la extracción líquido-líquido.

La razón de distribución, D, es un parámetro útil que muestra claramente la influencia de las condiciones experimentales sobre la distribución del compuesto entre las dos fases. Corresponde a la relación entre las concentraciones de esta especie extraída en cada fase, su valor dependerá de las condiciones del medio.

La razón de distribución se refiere exclusivamente a la especie que se extrae, en muchos casos no coincide con la concentración total de soluto en la FA.

$$D_{\text{H}_3\text{BO}_3} = \frac{\sum[\text{H}_3\text{BO}_3]}{\sum[\text{H}_3\text{BO}_3]}$$

Cuanto más grande sea D, más grande es la cantidad de soluto extraído en la fase orgánica y es mejor la extracción.

### 3.4. Aplicaciones de la extracción líquido-líquido

Las aplicaciones de la extracción líquido-líquido son:

- Como técnica de separación de compuestos. Esta es la aplicación principal, donde se consigue concentrar el soluto en la fase orgánica o aislarla en la fase acuosa. En particular se puede utilizar cuando los compuestos son poco volátiles, tienen puntos de ebullición parecidos, son sensibles a las temperaturas a las que se realiza la separación mediante destilación o si los componentes se encuentran en cantidades muy pequeñas.
- Como técnica de determinación de constantes que requieren sistemas químicos, la aplicación de los cuales permite conocer, en ciertos casos, mecanismos de reacción en disoluciones. Se

puede conocer exactamente la manera como se desarrollan los equilibrios de extracción con la finalidad de aplicarlos a escala industrial.

- Como técnica de preparación y purificación de reactivos.
- Como técnica para concentrar fases

### **3.5. Ventajas e inconvenientes**

Es una técnica simple, eficaz y con un campo amplio de aplicaciones.

Otra ventaja de la extracción líquido-líquido, es la gran variedad de disolventes orgánicos que existen, cosa que facilita el hecho de encontrar uno adecuado para el compuesto a extraer.

Los principales inconvenientes que presenta la extracción son: la posible formación de emulsiones que en algunos casos son difíciles de romper, la utilización de volúmenes grandes de disolventes orgánicos tóxicos y/o inflamables, la dificultad de automatización, las pérdidas que se pueden producir y que el proceso completo se realiza en varios pasos: extracción, stripping y lavado.

## 4. Procesos mediante membranas

Los procesos mediante membranas es una tecnología relativamente joven y dinámica. Una membrana puede definirse como una membrana es una región material que actúa de barrera entre dos fluidos y que restringe o favorece el movimiento de uno o más componentes de los fluidos a través de ella. Existe una gran variedad de materiales y dispositivos de membranas según su morfología, estructura y su composición. Así, algunos de los criterios de clasificación más habituales son la naturaleza, la estructura o el mecanismo de transferencia, tal y como se puede observar en el resumen general presentado en la Figura 4.

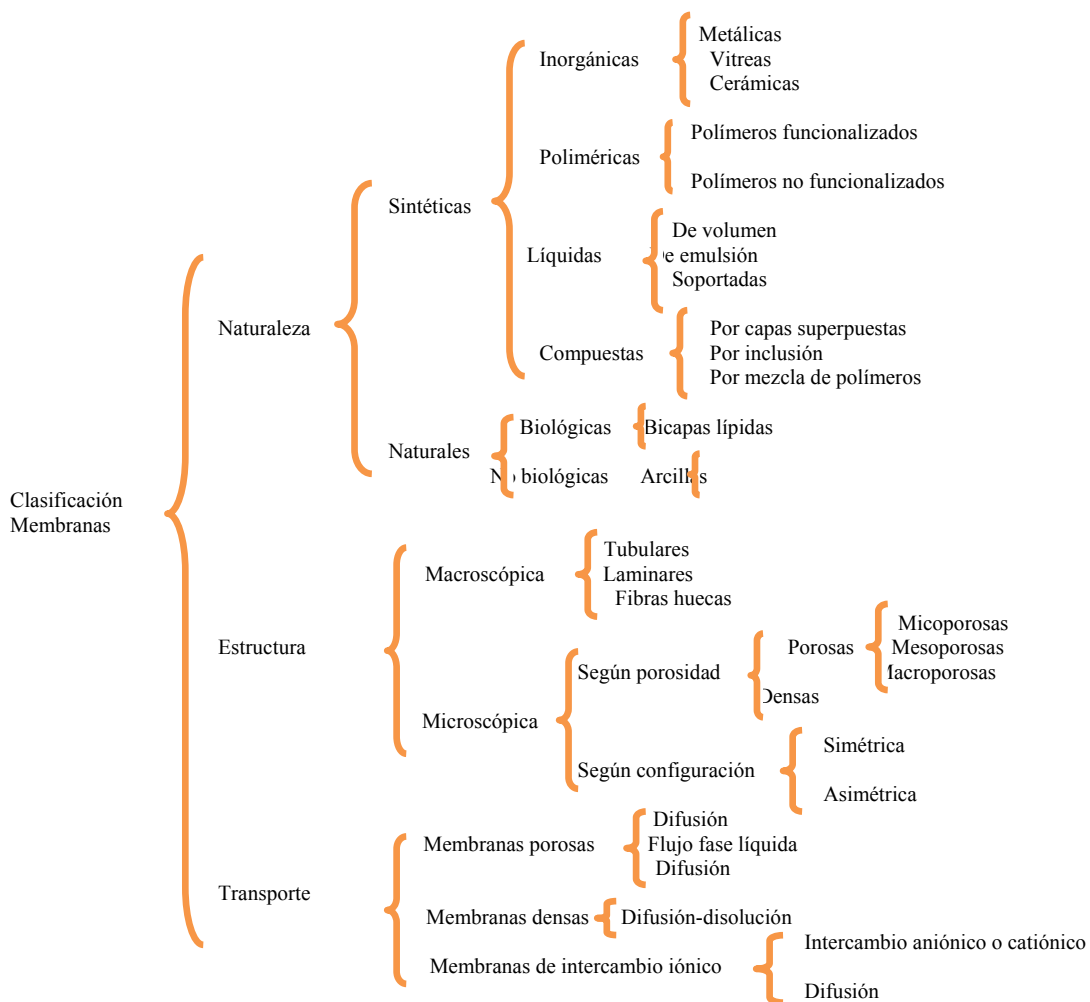


Figura 4.1. Clasificación de las membranas en función de los criterios naturaleza, estructura y tipo de transporte que realizan



En este estudio los ensayos realizados, han sido mediante membranas líquidas por lo que se van a explicar solamente este tipo de membranas.

#### 4.1. Membranas Líquidas

Las membranas líquidas constituyen una familia especial de membranas debido a que el material que ejerce de barrera entre dos fluidos es otro fluido. Son comparables a los sistemas tradicionales de extracción líquido-líquido pero con la ventaja de que los procesos de extracción y stripping se producen simultáneamente y no es necesario que se alcance el equilibrio. Además, como consecuencia del estado físico de la membrana, los fenómenos de transferencia de masa suelen ser más rápidos ya que se facilitan los procesos de permeación, disolución y difusión.

Imitando los procesos de extracción líquido-líquido modernos que utilizan agentes extractantes, se han desarrollado membranas líquidas en las que la adición de un agente extractante soluble en la fase membrana aumenta la selectividad del transporte por sus interacciones específicas y reversibles con las especies a transportar.

Existen diferentes configuraciones de membranas líquidas (Figura 4.2) entre las que destacan las **membranas líquidas de volumen** (*Bulk Liquid Membranes*, BLM), las **membranas líquidas de emulsión** (*Emulsion Liquid Membranes*, EML) y las **membranas líquidas soportadas** (*Supported Liquid Membranes*, SLM) aunque éstas últimas pueden entenderse en cierta manera como membranas compuestas, ya que se forman a partir de la combinación de un soporte microporoso inerte y una disolución orgánica que se mantiene gracias a las fuerzas capilares generadas en los poros del soporte. Sin embargo, como el elemento que realmente separa las dos fases es el líquido que constituye la membrana, es más adecuado clasificarlas como membranas líquidas.

- *Membranas líquidas de volumen, BML*

En esta configuración las disoluciones de carga y stripping están separadas por la fase membrana, que es un líquido inmiscible, contenido todo en un tubo en forma de U, de H o en vasos concéntricos. Se caracterizan por el hecho de utilizar un volumen de fase orgánica relativamente grande.

Normalmente se aplican cuando se usan disolventes orgánicos muy volátiles y se utilizan diseños convenientes para evitar pérdidas por volatilidad del disolvente. También son de gran utilidad en el caso de sistemas donde se produce la formación de una tercera fase porque el

sistema de transporte no se obturará por causa del gran volumen de fase orgánica y así no se producirá la interrupción del transporte.

- *Membranas líquidas emulsionadas, EML*

Se conocen también con el nombre de emulsiones dobles. Este tipo de sistema se prepara añadiendo una solución acuosa a una solución orgánica que contiene un tensioactivo adecuado. De esta manera se forma una emulsión *water-in-oil*, la cual se mezcla con una segunda disolución acuosa. Normalmente la disolución acuosa contenida en las gotas de aceite es la de stripping, que tiene un volumen diez veces inferior a la fase de carga.

El problema más grande es la estabilidad de la emulsión, que dificulta la recuperación del soluto y es por esto que sus aplicaciones son limitadas.

- *Membranas líquidas soportadas, SLM*

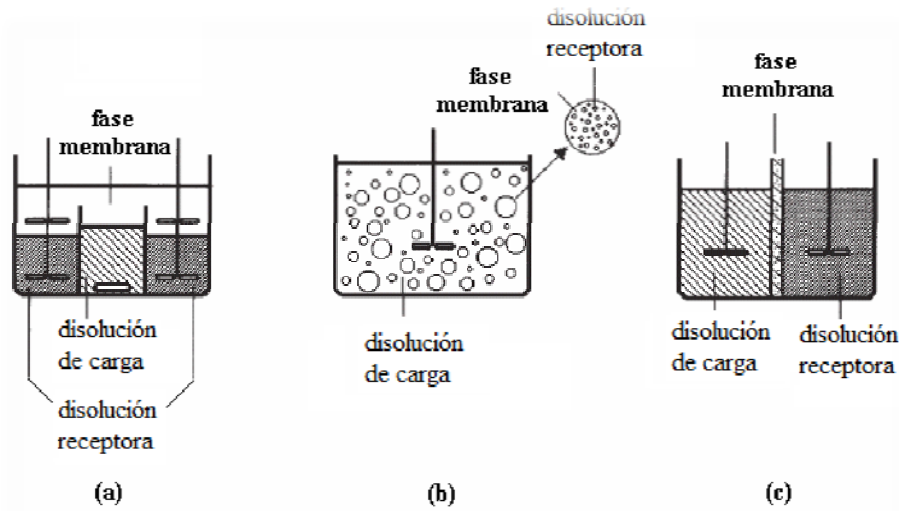
La disolución orgánica, formada generalmente por el disolvente orgánico y el extractante, se inmoviliza mediante fuerzas capilares en los poros de un soporte sólido microporoso. Esta estructura separa las dos disoluciones acuosas (la de carga y la de stripping).

La configuración de **SLM plana** es la disposición clásica de las membranas líquidas soportadas para el estudio en el laboratorio donde ofrecen excelentes resultados, y por esto es la que se ha escogido para realizar el ensayo de eliminación de boro. En este tipo de membranas su aplicación práctica está limitada, por su baja relación área de membrana/volumen de solución tratada que hace que el transporte sea lento aunque la membrana sea muy delgada.

A escala de laboratorio una geometría muy utilizada es la laminar, pero a escala industrial son más adecuadas otras geometrías, planas, fibra hueca (*hollow fiber*) y espiral.

A escala industrial es más adecuada la geometría de las membranas líquidas soportadas en módulo de fibras huecas (*hollow-fiber supported liquid membrane, HF-SLM*). Son similares a las SLM planas con la excepción que en este caso, el soporte polimérico que constituye el cuerpo de la membrana es una fibra hueca con paredes porosas que retienen la fase líquida. Estas fibras pueden agruparse dentro de una carcasa para formar módulos de fibras huecas que aunque aumentan el coste del equipo presentan la ventaja de permitir una introducción y recuperación de las fases líquidas mucho más sencillas en comparación con otro tipo de membranas líquidas.

A continuación se muestra un esquema con los tres tipos de membranas líquidas:



**Figura 4.2. Configuraciones de membranas líquidas a) membrana líquida de volumen, b) membrana líquida emulsionada, c) membrana líquida soportada plana**

Debido a que en este estudio los ensayos se han realizado mediante SLM, se desarrollará más profundamente este tipo de membranas en el próximo apartado.

#### **4.1.1. Membranas líquidas soportadas (SLM)**

El transporte de analitos desde la fase de alimentación hasta la fase receptora depende de diversos factores que incluyen parámetros físicos y químicos. En el primer caso los parámetros implicados son la velocidad de agitación de las dos fases, el área de contacto de la membrana líquida soportada y su geometría.

Respecto a los parámetros químicos, se pueden diferenciar los de las dos disoluciones acuosas y los de la fase membrana.

En el caso de la fase acuosa puede afectar el pH, la presencia de un tampón, su concentración y la fuerza iónica. Además, en el caso de la disolución de carga influye el tipo de soluto y su concentración; para la disolución receptora el tipo de coión o contraión presente y su concentración.

Y finalmente, en una membrana líquida soportada existen tres componentes básicos la combinación de los cuales determina sus propiedades separadoras: 1) el soporte, 2) el disolvente y 3) el extractante.

- 1) La mayoría de los soportes utilizados en SLM son membranas de microfiltración con un tamaño de poro de entre 0,1 y 1 micras. A lo largo de la historia de estas membranas se han utilizado tanto soportes hidrofílicos (nitrato de celulosa) como hidrofóbicos (PVDF). La elección del soporte no es trivial, si no que depende fundamentalmente del disolvente que se quiere inmovilizar. En este caso se han utilizado membranas hidrofóbicas PVDF (polifluoruro de vinilideno) con un tamaño de poro de 0,45  $\mu\text{m}$ .

Las características que deberían tener un buen soporte polimérico son:

- elevada porosidad
  - medida del poro pequeña
  - no ser muy grueso
  - resistencia química
  - hidrofobicidad
  - bajo coste
- 2) El disolvente, que constituye la parte fundamental de las SLM en tanto que es el medio en el que se disolverá el agente extractante y que separará las fases acuosas de carga y recuperación, debe cumplir la condición básica de ser altamente inmisible en las fase acuosas. Los disolventes orgánicos más utilizados en les membranas líquidas son los hidrocarburos de cadena larga como el undecano, el dodecano o el queroseno y compuestos más polares come el éter dihexílico o el dioctil fosfato. Hay que tener presente que el disolvente orgánico influye de manera importante en la estabilidad de la membrana y también en la permeación del soluto. En muchos casos hace falta utilizar modificadores de fase que mejoran las propiedades de la fase orgánica de manera que aumenta la solubilidad del extractante o se varían les propiedades interfaciales.  
Para este ensayo se ha escogido trabajar con el queroseno y como modificador de fase el decanol.

- 3) Finalmente, por lo que se refiere al extractante, se han utilizado gran variedad de moléculas de diferente naturaleza para preparar SLM, en función siempre del compuesto que se desea extraer. En este proyecto se utilizará el extractante BEPD, que es un extractante neutro.

#### 4.1.1.1. *Ventajas e inconvenientes de las SLM*

Las principales ventajas que presentan las membranas líquidas soportadas son:

- El volumen de solución orgánica consumido es mínimo, permite que se utilicen sustancias que resultarían demasiado caras para un sistema de extracción líquido-líquido convencional.
- El riesgo de contaminación también es mínimo.
- La extracción y recuperación del soluto tiene lugar en una única etapa.
- Fácil automatización y conexión en línea con un instrumento analítico.
- Grado de preconcentración grande: se pueden tratar volúmenes importantes de muestra y concentrar en un volumen inferior a 1 mL.
- Bajos costes de capital y de operación, bajo consumo energético.
- Muy selectivas y aptas para procesos de purificación.

El principal inconveniente de este tipo de membranas líquidas es la pérdida gradual de la fase orgánica hacia las soluciones debido a la formación de emulsiones que se originan en las interfases entre la membrana y las fases acuosas. En este proceso de degradación, también puede influir la diferencia de presión osmótica entre las disoluciones que separa la membrana que desplaza la solución orgánica de los microporos del soporte. La pérdida del extractante orgánico es un inconveniente no sólo por el gasto económico que supone sino también porque puede llegar a producir una contaminación cruzada de las soluciones acuosas.

#### 4.1.1.2. Aplicaciones de las membranas líquidas soportadas

Las membranas líquidas se han aplicado en diversos campos, a continuación se van a nombrar los más significativos:

- Una aplicación muy importante es en la *separación de metales, ácidos y bases*. Esta técnica se aplica para metales tan diversos como Cu, Ni, Cd, Co, Zn, Rh, Pd, Pt, etc., también para la extracción de compuestos ácidos y básicos de manera sencilla a partir de la variación del pH en muchos casos.
- También hay que destacar el campo de las *aplicaciones biomédicas*. Básicamente se han aplicado para la determinación de drogas y otros compuestos orgánicos como fenoles en fluidos biológicos (plasma y orina).
- Otra aplicación es el *análisis de alimentos*, como la separación de triazinas en zumos o en aceites.
- También se aplican en la *industria petrolífera*, para la separación de fenoles en aceites y fueles.

#### 4.1.2. Mecanismos de transporte de SLM: transporte facilitado

Los procesos de transporte en Membranas Líquidas Soportadas han sido ampliamente estudiados. En un principio, los procesos de transporte se pueden clasificar en facilitados o no facilitados según esté presente o no un agente extractante (*carrier*, C). En el caso del transporte no facilitado, las especies se mueven de la fase de carga a la de stripping por simple difusión a través de la fase orgánica de la membrana.

En el caso del transporte facilitado, la membrana líquida está constituida por una disolución orgánica de un reactivo extractante (*carrier*) que, mediante la formación de un complejo neutro con la especie que se ha de separar en la fase membrana, facilita su paso a la fase receptora. Siendo, mediante este mecanismo, la especie que se ha de separar puede ser transportada a través de la membrana en contra de su gradiente de concentración.

Los dos mecanismos de transporte se recogen en la Figura 4.3.

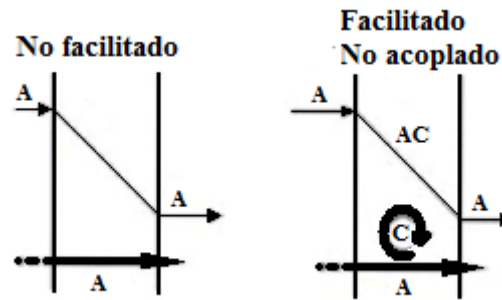


Figura 4.3. Mecanismos de transporte para transporte facilitado y no facilitado

Lo que interesa es encontrar un extractante que sea tan selectivo como sea posible para el soluto. De esta manera el extractante proporciona un aumento de la selectividad y la permeabilidad.

El parámetro que caracteriza el proceso de separación con membranas líquidas es la *eficiencia de extracción*,  $E$ , que se define como la fracción de moléculas de soluto que se recuperan en la fase receptora:

$$E = \frac{V_s C_s}{V_c S_c}$$

Donde  $V_s$  y  $C_s$  son el volumen y la concentración en la fase stripping y  $V_c$  y  $C_c$  en la fase de carga.

En general, cuando el caudal de la fase de carga aumenta, la eficiencia de extracción disminuye porque el contacto no es tan efectivo; pero, por otro lado, si se tiene un caudal mayor, la cantidad de soluto que se introduce dentro del sistema también es más importante y por tanto se obtiene un mayor transporte de soluto.

Es importante remarcar que en general no es necesario obtener un 100 % de eficiencia de extracción, pero sí que hace falta que esta sea reproducible.

## **5. Parte experimental**

En este apartado el objetivo es estudiar la posibilidad de eliminación de boro mediante extracción líquido-líquido y mediante membranas líquidas soportadas. La parte experimental de la extracción servirá para conocer las condiciones en las que se ha de trabajar con el extractante y con la solución de alimentación, que se utilizarán en los ensayos con membrana.

Se describen los ensayos realizados en los dos procesos, pero previamente se describirá el método analítico utilizado para determinar el boro.

### **5.1. Método analítico del Boro**

Para analizar el Boro de las muestras recogidas en los ensayos se han utilizado tres métodos. El primero de todos, es analizar el boro mediante el espectrofotómetro de absorción atómica y los otros dos, son dos métodos de análisis utilizando espectrofotometría de absorción molecular.

Se han probado previamente estos tres métodos para elegir el más conveniente para utilizar en el resto de ensayos. A continuación se van a describir todos los métodos:

#### **5.1.1. Determinación del Boro mediante espectrofotometría de absorción atómica**

La espectrofotometría de absorción atómica permite determinar la concentración total de boro en la muestra, independientemente del tipo de molécula presente en el medio. A continuación se describe brevemente el material, equipo, reactivo y procedimiento utilizado.

##### *5.1.1.1. Material utilizado*

El material utilizado para determinar la concentración de boro de las muestras mediante el espectrofotómetro de absorción atómica, es el que normalmente se utiliza en los laboratorios ( matraces aforados, vasos de precipitados, micropipetas, etc)



#### 5.1.1.2. *Equipo*

El equipo utilizado es un espectrofotómetro de absorción atómica VARIAN, modelo AA240FS. Para analizar el boro se mide a una longitud de onda de 249,7 nm. La llama es una mezcla de acetileno y óxido nítrico, y el rango óptimo de trabajo va de 5 a 2000µg/L de boro.



**Figura 5.1. Espectrofotómetro de absorción atómica**

#### 5.1.1.3. *Reactivos*

- Acido bórico,  $H_3BO_3$
- Cloruro de sodio, NaCl
- Hidróxido de sodio, NaOH

#### 5.1.1.4. *Procedimiento*

*Medición de las extracciones, los strippings y los lavados*

Se han de medir las muestras de extracción y lavado con unos patrones y las de stripping con otros patrones, pero el procedimiento es el mismo en ambos casos:

- Preparar una solución madre I que contenga 1000 mg/L de Boro y 0,5 M de NaCl para medir las extracciones y los lavados y otra solución madre II que contenga 1000 mg/L de Boro y 0,5 M de NaOH para analizar los strippings.
- Preparar una solución 0,5 M de NaCl y otra 0,5 M de NaOH para realizar las diluciones de la tabla 5.1.
- A partir de las soluciones preparadas se preparan los patrones como se indica en la tabla 5.1.

**Tabla 5.1. Preparación de los patrones**

Patrón	[B] (mg/L)	Extracción y Lavados		Strippings	
		V, mL Madre I	V, mL 0,5 M NaCl	V, mL Madre II	V, mL 0,5 M NaOH
1	1000	100	-	100	-
2	750	75	25	75	25
3	500	50	50	50	50
4	250	25	75	25	75

- En primer lugar medir el patrón 1 que contiene 1000 mg/L de Boro y a partir de este patrón, el espectrofotómetro prepara el resto de patrones de 750, 500 y 250 mg/L de Boro de forma automática.
- Como las muestras y los patrones tienen un alto contenido en sodio se miden los patrones y las muestras diluidas a la mitad.

### 5.1.2. Método del azomethine mediante el espectrofotómetro de absorción molecular

Se sigue el mismo procedimiento que el descrito en el artículo número 10 que hay en la bibliografía, pero con una ligera adaptación a nuestras muestras.

5.1.2.1. *Material utilizado*

El material de laboratorio usado para el análisis de la concentración de boro en las muestras, es el que se utiliza comúnmente en los laboratorios.

5.1.2.2. *Equipo*

El Espectrofotómetro de absorción molecular es de la marca: XS UV-1603. Longitud de onda de 415 nm. Se realizan 3 lecturas de cada muestra.



**Figura 5.2. Espectrofotómetro de absorción molecular**

- *Bomba*: Watson Marlow 323.
- *Celda de flujo*, para trabajar en continuo.

5.1.2.3. *Reactivos*

Los reactivos se encuentran especificados en la tabla 5.2.

**Tabla 5.2. Reactivos utilizados en la espectrofotometría**

Patrones	Reactivo colorante	Solución tampón
Ácido bórico	Azomethine H	Acido acético
Cloruro de sodio	Ácido Ascórbico	Acetato de amonio
		Amoniaco

En el anexo D se pueden ver las propiedades del azomethine.

*5.1.2.4. Preparación de los reactivos empleados para analizar el boro*

Solución Tampón 4.5

- Disolver 100 g de Acetato de amonio en un vaso de precipitados que contiene 160 mL de Ácido Acético glacial y 20 mL de agua bidestilada.
- Si no se disuelve, añadir agua bidestilada hasta su completa disolución.
- Ajustar el pH de la solución a 4.5 añadiendo ácido acético o amoniaco.

Solución colorante

- Disolver 1,00 g de azomethine H y 2,00 g de ácido ascórbico en 50 ml de agua caliente (que no supere los 70 °C).
- Enrasar en un matraz de 100 mL con agua bidestilada.
- Preparar esta solución para utilizar en el mismo día.

Solución madre III

- Preparar una solución de 10 mg/L de boro pipeteando 1 mL de la solución Madre I en un matraz de 100 mL.
- Enrasar con agua bidestilada

Preparación de los patrones en matraces de 25 mL

Preparar los patrones adicionando en matraces de 25 mL el volumen de cada solución preparada que indica la tabla 5.3.

**Tabla 5.3. Preparación de los patrones**

Patrón	m, $\mu\text{g B}$	V, mL Solución Madre II	V, mL Solución tampón	V, ml Solución colorante
0	0	0	5	5
1	10	1		
2	20	2		
3	30	3		

Preparación de las muestras

- En un matraz de 25 mL adicionar la cantidad estimada de muestra. El rango de análisis de muestra del espectrofotómetro en la curva de calibrado es de 0 a 30  $\mu\text{g}$  de boro (en matraces de 25 ml) por esto se prepararan las muestras realizando los cálculos necesarios que contengan aproximadamente 20  $\mu\text{g}$  de boro. (Los cálculos están en el apartado C.1 del anexo C).
- Añadir en cada matraz 5 mL de solución tampón y 5 ml de solución colorante.
- Enrasar con agua bidestilada.

Los patrones y las muestras se han de preparar a la vez y luego se ha de dejar reposar todo durante dos horas antes de medir el boro, para permitir el desarrollo del color.

La medición de las muestras en el espectrofotómetro se hace en una longitud de onda de 415 nm.

Se han utilizado dos formas distintas de medir con el espectrofotómetro, el de flujo discontinuo y el continuo. A continuación se explican los dos métodos:

1) Procedimiento Flujo Discontinuo

- Limpiar bien las cubetas antes de usarlas.
- Rellenar las dos cubetas de cuarzo con el patrón 0 y hacer el autocero. Cada vez que se llena la cubeta con una muestra o un patrón se han de limpiar muy bien con un trozo de papel las paredes de la cubeta.
- Dejar la cubeta del final con patrón 0 puesta que es la de referencia.
- En la otra cubeta primero se van poniendo uno a uno los patrones para hacer la recta de calibrado. Después leer las muestras.
- Los patrones y las muestras se leen tres veces y después se hace una media con los valores obtenidos.
- Antes de introducir la muestra en la cubeta, se agregar muestra en la cubeta un par de veces para limpiarla bien y después de rellenarla, se limpian bien las paredes de la cubeta y el interior con la siguiente muestra.

2) Procedimiento Flujo Continuo

- En la cubeta que va de referencia poner el patrón cero y limpiarla bien.
- Poner en el patrón cero el tubo que absorbe el patrón a través de una bomba y dejar unos segundos hasta que se observa en un gráfico que aparece en un ordenador que el valor de la absorbancia se ha estabilizado.
- Marcar el autocero.
- Pasar el resto de patrones y muestras de la misma forma introduciendo el tubo capilar hasta que la absorbancia se estabilice para leer los resultados de las muestras.

### **5.1.3. Método del carmín**

Es un método normalizado para el análisis del boro y está descrito en el libro de Métodos Normalizados de la bibliografía.

Se han preparado unas muestras para comprobar si funciona este método de análisis, pero ha sido imposible medir ni tan solo los patrones, por este motivo se ha descartado su uso directamente.

### **5.1.4. Método de análisis utilizado**

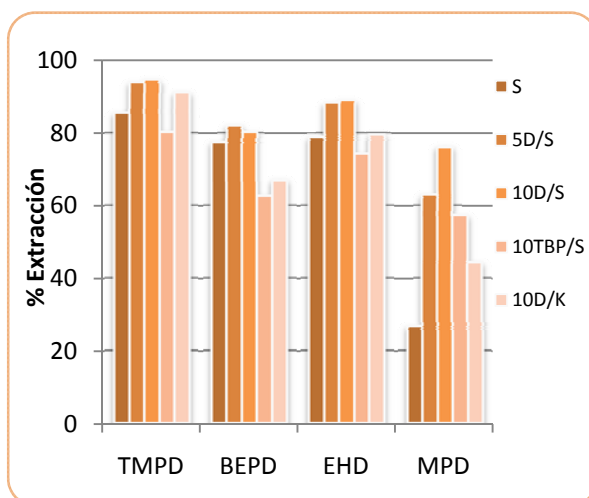
Después de probar los tres métodos para analizar el boro, finalmente se ha optado por utilizar el método con azomethine, ya que con los otros dos han dado muchos problemas.

El método del carmín no se ha podido ni utilizar, ya que se prepararon en dos ocasiones los patrones para hacer la recta de calibrado y se obtenían unos valores irregulares por lo cual, se ha descartado su uso.

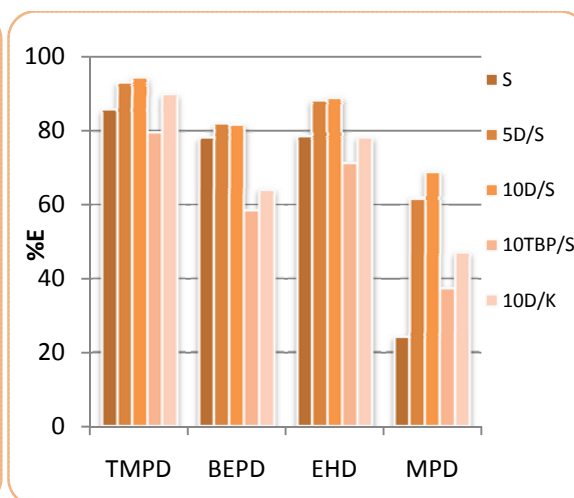
El método de análisis de boro por absorción atómica da unos valores muy parecidos a los obtenidos por el método con azomethine pero ha dado muchos problemas. Primero se han analizado las muestras de las extracciones y los lavados pero el espectrofotómetro se apagaba, esto puede ser debido a que las muestras y los patrones tienen una concentración elevada de sodio y éste se deposita sobre el quemador impidiendo el paso del gas y apagando la llama. Para solucionar este problema, al final lo que se ha hecho es pasar un patrón de 1000 mg/L de Boro disuelto en agua bidestilada, puesto que con NaCl no era posible, y hacer que el espectrofotómetro haga los patrones siguientes de 750, 500 y 250 mg/L de Boro. Después se han podido leer los patrones y las muestras haciendo que el espectrofotómetro las diluya a la mitad.

Los strippings directamente ya no se han podido medir, aunque se ha seguido el mismo procedimiento que en las extracciones y los lavados, porque contiene una concentración de sodio 0,5 M lavados.

A continuación podemos ver mediante unos gráficos, los resultados obtenidos en las dos mediciones por los dos métodos, para compararlos y ver los resultados. Los resultados se pueden ver en el anexo A tabla A.1.



**Figura 5.3. % extracción obtenidos con el método de la absorción atómica**



**Figura 5.4 % extracción obtenidos con el método del azomethine.**

Como se puede ver en la figura 5.3 y 5.4 corroboran los valores de las concentraciones halladas ya que los valores obtenidos de la concentración de boro en cada muestra, son muy parecidos. El único valor que es diferente es el que corresponde al extractante MPD 10 % TBP con solvesso que puede ser debido a un error de precisión en el momento de hacer las diluciones.

Después de tener tantos problemas con el funcionamiento de la absorción atómica y viendo que los resultados obtenidos con los dos métodos son muy parecidos, se ha decidido utilizar el método del azomethine aunque fuese un poco más laborioso y largo de preparar.

## 5.2. Eliminación de Boro mediante Extracción líquido-líquido

En este apartado se describen el material, el equipo y los reactivos utilizados para realizar los ensayos. También están descritos el procedimiento a seguir y los resultados y conclusiones a las que se han llegado después de realizar los experimentos.



### 5.2.1. Material utilizado

El material de laboratorio para realizar los ensayos de extracción es el que se utiliza normalmente en los laboratorios, a excepción de los embudos de extracción que es específico para estos ensayos.

En la Figura 5.5 se puede ver un embudo de extracción.

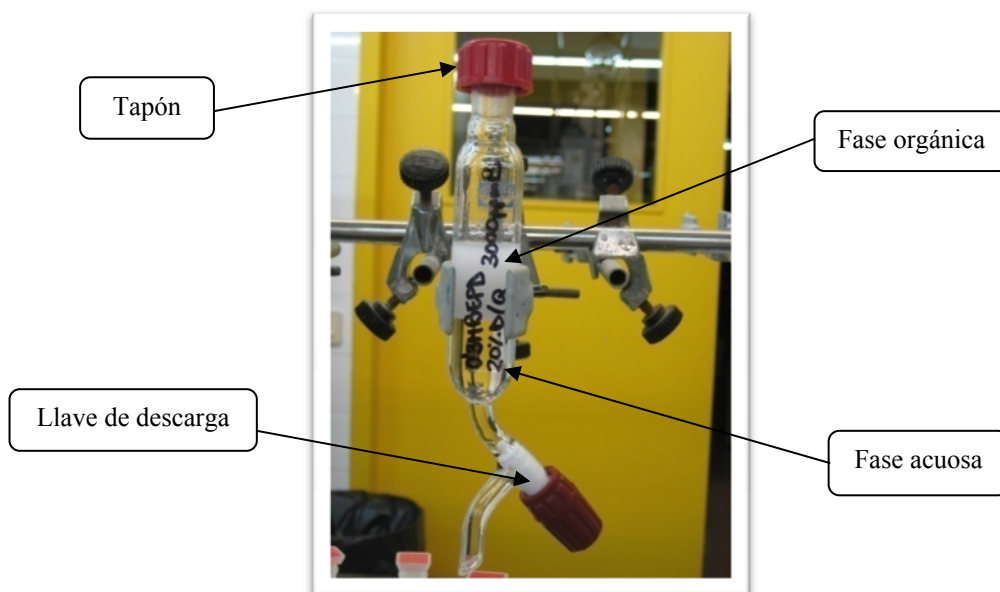


Figura 5.5. Embudo de extracción

### 5.2.2. Equipamiento

*pH-metro*: Marca CRISON. Tiene un electrodo de vidrio y también mide la temperatura de la muestra a analizar. Se utiliza para medir el pH de las muestras antes y después del contacto.



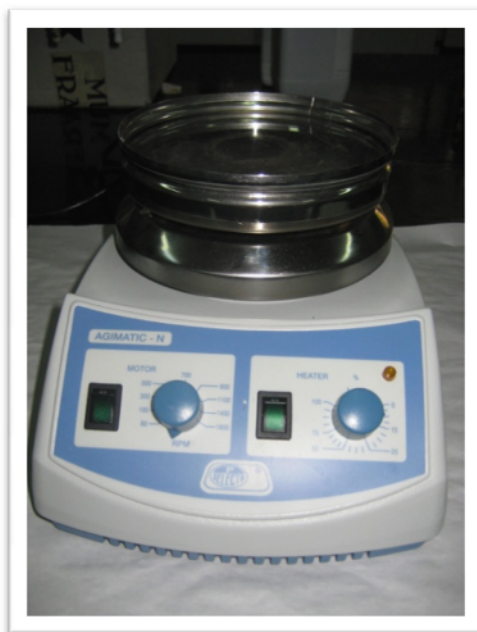
Figura 5.6. pH-metro

- *Balanza:* Marca *COBOS*. Su capacidad máxima es de 300 g, el error es de 0,001 g y tiene una precisión de cuatro cifras. Es necesaria para pesar los reactivos cuando se hacen las disoluciones.



Figura 5.7. Balanza

- *Agitador-calefactor magnético*: Marca AGIMATIC-N. Calentar y mezclar los compuestos cuando se preparan las disoluciones.



**Figura 5.8. Agitador-calefactor magnético**

- *Agitador mecánico de vaivén*: Marca SBS. La velocidad de agitación es de 140 rpm. Se utiliza para agitar los embudos de extracción, es donde realmente se produce el transporte del boro da la fase acuosa a la orgánica.



Figura 5.9. Agitador mecánico de vaivén

### 5.2.3. Reactivos utilizados

#### Fase Orgánica

Los reactivos utilizados en la fase orgánica son:

- Disolventes orgánicos: se han utilizado dos tipos de disolventes el solvesso (aromático) y el queroseno (alifático).
- Modificador de fase: mejora la separación de las fases evitando la formación de emulsiones y en algunos casos puede contribuir a aumentar el porcentaje de extracción y la reutilización de la fase orgánica.  
Para realizar los experimentos se han utilizado *Decanol*, *TBP* y *Dodecanol*.
- Extractantes: permiten eliminar el boro.
  - *2,2,4-Trimethyl-1,3-pentanodiol (TMPD)* 97 % (sólido)
  - *2-Butyl-2-ethyl-1,3-propanodiol (BEPD)* 99 % (sólido)
  - *2-Ethyl-1,3-hezanodiol (EHD)* 98 % (líquido)
  - *2-Methyl-2,4-pentanodiol (MPD)* 99% (líquido)

### Fase Acuosa

Los reactivos empleados en la fase acuosa son ácido bórico y cloruro de sodio.

La solución stock tiene una composición de 1000 mg/L de boro y 0,5 M de NaCl.

### Disolución de Stripping

La solución stripping se hace con Hidróxido de sodio

### Disolución de Lavado

Los reactivos empleados para preparar la solución de lavado son cloruro de Sodio y ácido clorhídrico concentrado.

## **5.2.4. Procedimiento**

Para eliminar el boro mediante extracción líquido-líquido de una muestra se realizan las siguientes etapas: extracción, stripping y lavado. Seguidamente se describe el procedimiento a seguir para realizar dichas etapas.

### Extracción

- 1) Etiquetar el embudo de extracción con las características principales de las dos fases iniciales.
- 2) Adicionar 10 mL de solución stock en un tubo de extracción.
- 3) Después, añadir 10 mL de extractante (se realiza en éste orden porque el disolvente tienes más valor y también como medida de prevención, por si la llave de vaciado no funciona correctamente. Es mejor que se vierta la fase acuosa antes que la orgánica ya que da más problemas para limpiar).

- 4) Se observan dos fases claramente bien diferenciadas, la fase orgánica se encuentra en la parte superior y la fase acuosa en la parte inferior.
- 5) Agitar el tubo de extracción manualmente durante unos pocos segundos.
- 6) Dejar reposar y anotar el aspecto de cada fase y la rapidez en la que se separan las dos fases.
- 7) Agitar mecánicamente (agitador vaivén) durante 20 minutos a 140 rpm.
- 8) Dejar reposar y volver a anotar el aspecto de cada fase y la velocidad de separación de las fases.
- 9) Por gravedad, abriendo la llave de vaciado, se separa la fase acuosa de la fase orgánica. La fase acuosa se vierte en un tubo etiquetado y se cierra con un tapón.
- 10) Limpiar el tubo de descarga en la parte inferior del tubo de extracción, con un trozo de papel para que no queden restos de fase acuosa.

### Stripping

- 1) Adicionar en el tubo de extracción, que contiene la fase orgánica después de realizar la extracción, 10 mL de NaOH 0.5 M.

(Repetir los pasos del 2 al 9 del apartado anterior).

### Lavado

- 1) Pipetear en el tubo de extracción que contiene el extractante que proviene del stripping, 10 mL de NaCl 0.5 M.

(Repetir los puntos del 2 al 9 del apartado de extracción).

### 5.2.5. Ensayos y resultados

El objetivo de estos ensayos es estudiar el comportamiento de los agentes extractantes y del boro en diferentes condiciones del medio y así determinar cuáles son las condiciones óptimas para conseguir la máxima separación de este elemento.

Los ensayos realizados respecto a la fase orgánica son:

- Elección del mejor extractante
- Capacidad de reutilización del extractante
- Concentración de extractante óptima para realizar el proceso

Respecto a la fase orgánica los experimentos son:

- Optimizar las condiciones del medio acuoso, variando la concentración de protones presente en el medio.
- Hallar la concentración de NaOH en el stripping idónea.
- Elaborar la isoterma de extracción correspondiente a estas condiciones

Seguidamente se describen las pruebas realizadas y los resultados obtenidos en cada apartado.

En el anexo B se pueden ver las tablas donde vienen descritas el aspecto físico de las fases acuosas y fases orgánicas, después de realizar las extracciones, los strippings y los lavados.

#### 5.2.5.1. Elección del mejor extractante

En este apartado se realizan diferentes pruebas con cuatro extractantes TMPD, BEPD, MEPD y EHD, con el objetivo de hallar el extractante con un mayor porcentaje de extracción de boro.

Los ensayos se han realizado a partir de la misma fase acuosa, utilizando siempre la solución en stock. En cambio, se ha variado las condiciones de la fase orgánica, utilizando, además de distintos

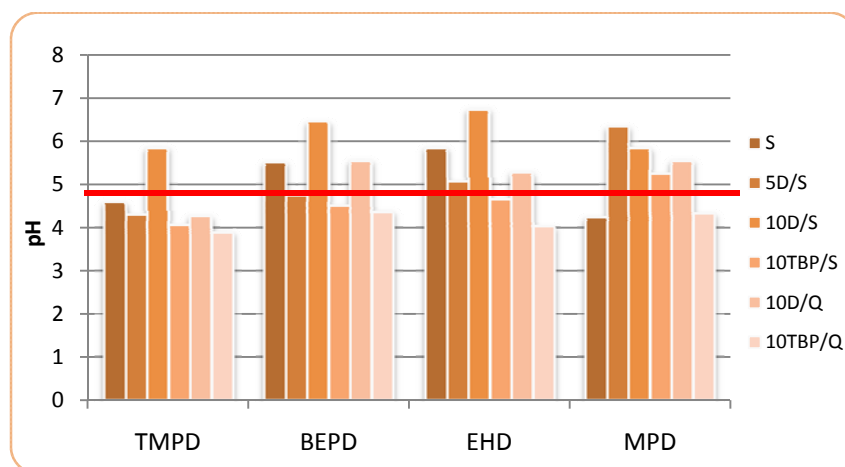
extractantes, diferentes disolventes orgánicos (solvesso y queroseno) y diferentes modificadores de fase (decanol y TBP). La concentración de los cuatro extractantes es de 0,265 M. Se ha escogido esta concentración porque el extractante TMPD tiene una solubilidad máxima de 4 % que corresponde a este valor. Se ha utilizado un volumen de 10 mL para la fase orgánica y 10 mL para la fase acuosa.

A continuación se muestran el contenido de la fase orgánica en cada ensayo:

- Extractantes TMPD, BEPD, MEPD y EHD, y el disolvente orgánico solvesso.
- Extractantes TMPD, BEPD, EHD y MPD con 5 % en volumen de decanol y como disolvente el Solvesso.
- Extractantes TMPD, BEPD, EHD y MPD con 10 % en volumen de TBP y solvesso.
- Extractantes TMPD, BEPD, EHD y MPD con 10 % en volumen de decanol y como disolvente el queroseno.
- Extractantes TMPD, BEPD, EHD y MPD con 10 % en volumen de TBP y Queroseno.

#### 5.2.5.1.1. RESULTADOS OBTENIDOS

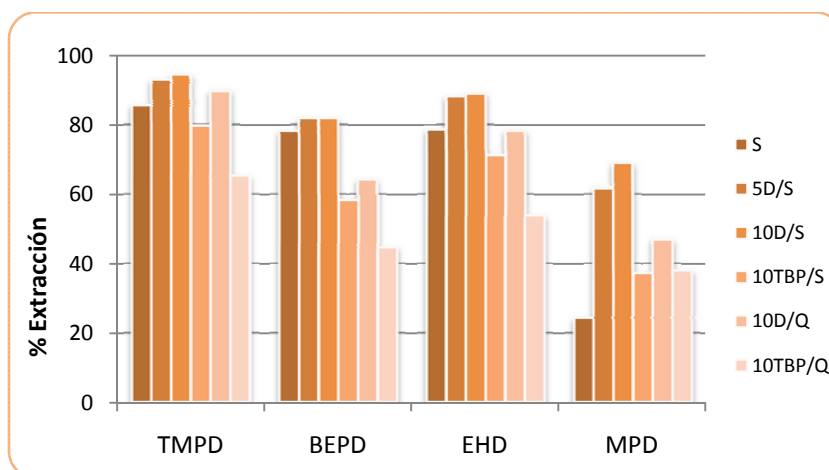
Después de analizar las muestras, los resultados obtenidos de las concentraciones de boro y de las mediciones de pH se pueden ver en la Tabla A.2. del anexo A. También se presentan los resultados en el figura 5.10 y 5.11:





**Figura 5.10. Resultado de medir el pH de las muestras recogidas**

El pH de la solución en stock es de 4,85 y el de las muestras recogidas se mantiene entre 4 y 6,5 es un pH neutro y en algunos casos ligeramente ácido.



**Figura 5.11. Resultados obtenidos de la concentración de boro de las extracciones**

En la figura 5.11 se muestran los % de extracción para cada extractante.

Como el objetivo en esta primera parte es elegir el mejor extractante, se va a escoger los extractantes que mejor extraen y descartar los que tienen un porcentaje de extracción más bajo, para seguir realizando pruebas.

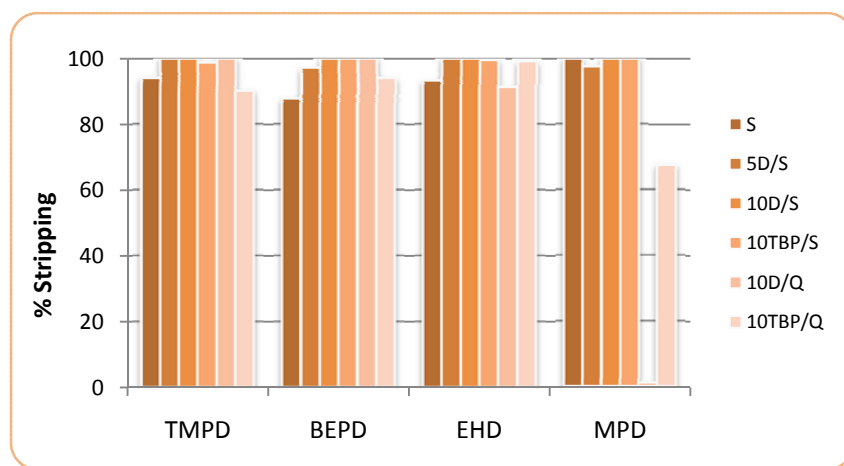
También se aprecia como el extractante que mejor funciona en todos los casos es el TMPD.

Después de realizar estas pruebas se descarta seguir trabajando con el extractante MPD, porque es el que proporciona unos valores de extracción más bajos y además es en el que peor se separan las fases.

Tampoco se seguirá trabajando con los extractantes que contienen 5 % decanol y solvesso, porque el tanto por ciento de extracción es ligeramente inferior al de 10 % decanol y por este motivo se

continuará realizando pruebas con 10 % decanol, ya que en este momento lo que nos interesa es que el porcentaje de extracción sea lo más alto posible.

Tampoco se seguirá probando los extractantes con modificador de fase TBP ya que no mejora la extracción ni con queroseno ni con solvesso por lo tanto se seguirá usando decanol en las pruebas siguientes.



**Figura 5.12. Resultados obtenidos de la concentración de boro de los strippings.**

En la figura 5.12 se observa que prácticamente realizando el stripping con NaOH 0,5 M se consigue extraer el boro que hay en la fase orgánica después de haber realizado la extracción.

Al analizar la concentración de boro en los lavados, se ha visto que es prácticamente cero por lo que no se analizarán más, ya que se ha comprobado que con el stripping se extrae todo el boro que hay en la fase orgánica.

Se ha observado que la fase acuosa de los strippings presenta una coloración anaranjada. El resto de muestras de fase acuosa que provienen de la extracción y del lavado son incoloras o blancas.

Para determinar de dónde viene esta coloración, se realiza un stripping en un tubo que contiene únicamente solvesso, con agitación manual y mecánica. Una vez hecho el stripping se puede observar como la fase acuosa presenta una coloración anaranjada por lo que se considera que dicha coloración

proviene de la reacción entre el NaOH y el solvesso, y por tanto, no está relacionada con ningún compuesto de boro formado como reacción secundaria durante este proceso.

#### 5.2.5.2. *Capacidad de reutilización del extractante*

Este apartado tiene el objetivo de ver la capacidad de reutilización de los extractantes realizando cinco extracciones, cinco strippings y cinco lavados consecutivos reutilizando la fase orgánica y añadiendo en cada extracción una nueva cantidad de fase acuosa. De este modo, se puede observar si se mantiene el % de extracción de Boro o disminuye con cada extracción.

Como en las pruebas realizadas anteriormente solo se ha podido descartar un extractante porque los resultados no han sido muy concluyentes, en este apartado se seguirán estudiando los diferentes extractantes en diferentes condiciones a parte de ver su capacidad de reutilización.

Los extractantes que se utilizan en estos ensayos son TMPD, BEPD y EHD con una concentración de 0,265 M. Como modificador de fase se utiliza el decanol y el dodecanol y como disolvente orgánico el queroseno y el solvesso.

Los ensayos realizados son:

- Extractantes TMPD, BEPD y EHD, disolventes orgánicos Solvesso y 10 % Decanol como modificador de fase.
- Extractantes TMPD, BEPD y EHD, disolventes orgánicos Queroseno y 10 % Decanol como modificador de fase.
- Extractantes TMPD, BEPD y EHD con 20 % Decanol y Solvesso.
- Extractantes TMPD, BEPD y EHD con 30 % Decanol y Solvesso.
- Extractantes TMPD, BEPD y EHD con Dodecanol como modificador de fase y solvesso.

##### 5.2.5.2.1. RESULTADOS OBTENIDOS

Después de analizar el boro de cada muestra recogida, los resultados obtenidos se representan en los gráficos siguientes (también se pueden ver los valores en la tabla A.3. del anexo A):

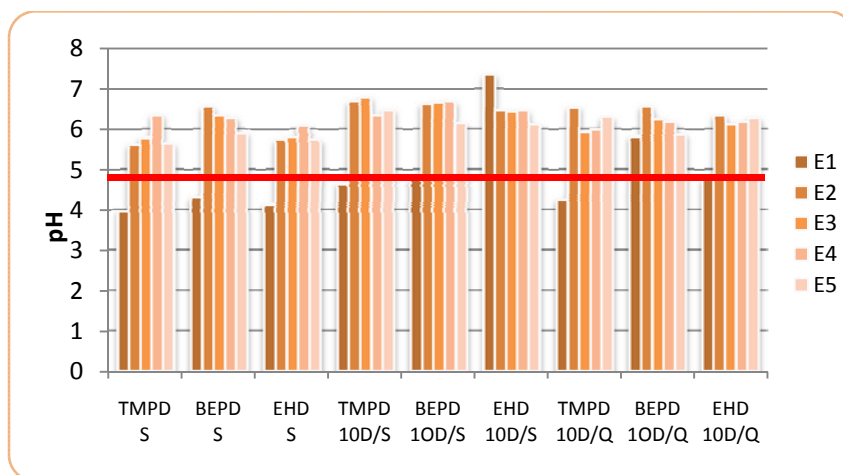
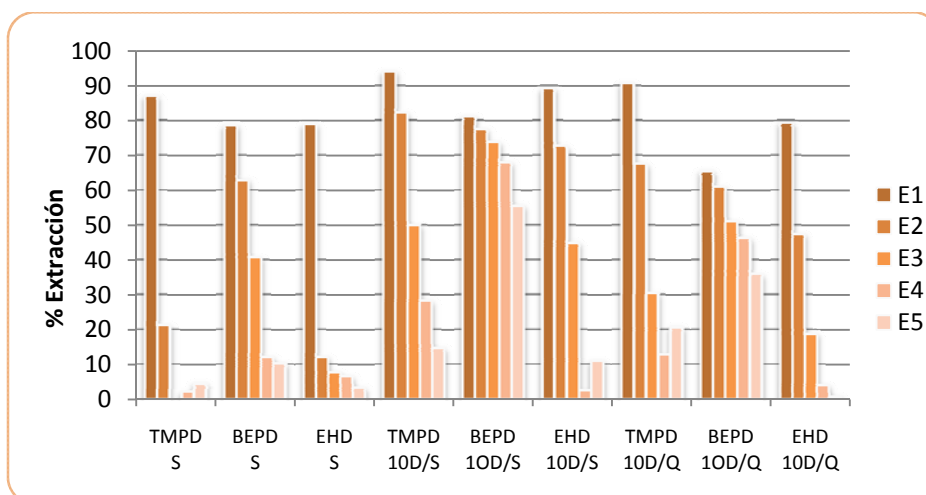


Figura 5.13. Resultado de medir el pH de las muestras recogidas

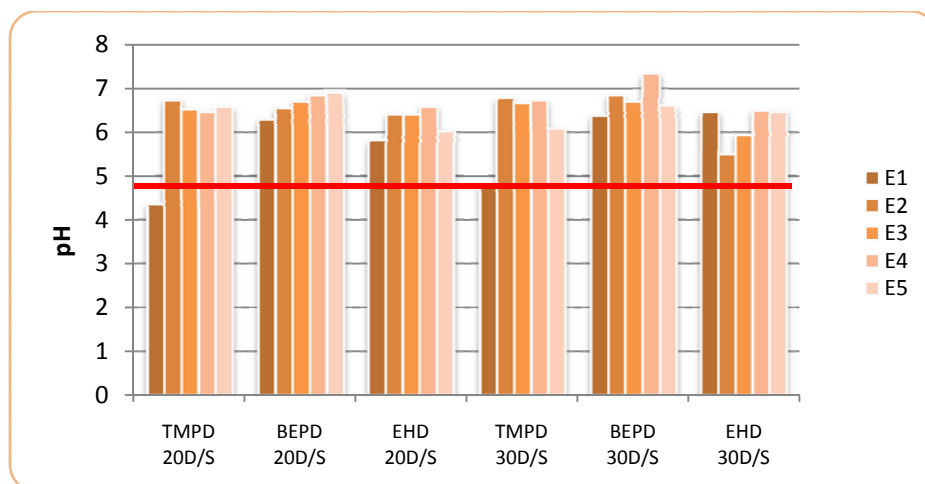
En el gráfico 5.13 se ve representado el pH de las muestras recogidas de las extracciones. Observando el gráfico se puede apreciar como el pH de la primera extracción de cada prueba se encuentra entre 4 y 5, el resto de extracciones tiene un pH aproximado de 6. Esto es debido a que en el stripping se utiliza NaOH y hace que en las siguientes extracciones de una misma serie tengan un pH más elevado.



**Figura 5.14. Resultados obtenidos de medir concentración de boro en las extracciones**

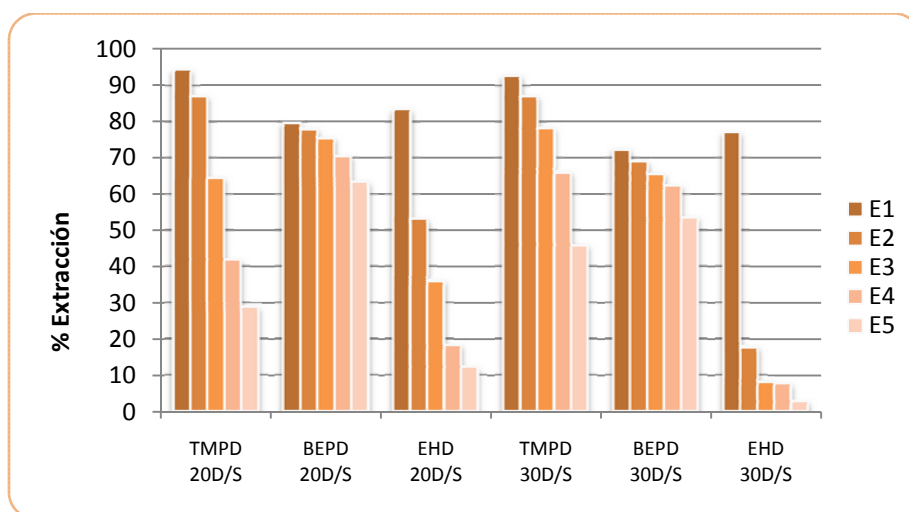
Observando el gráfico de la figura 5.14 se aprecia como el extractante BEPD 10 % decanol con solvesso y queroseno es el que mejor comportamiento presentan respecto a la estabilidad de porcentaje de extracción ya que, aunque con cada extracción se pierde un poco de poder de extracción, es el que más se mantiene si se compara con el resto.

En un principio se pensaba que el extractante que mejor iba a funcionar era el TMPD, ya que era el que más boro extraía. En el gráfico se observa que tanto el TMPD como el EHD, la capacidad de extracción después de la primera extracción disminuye rápidamente hasta ser prácticamente nula. Esto puede deberse a que con cada extracción perdemos extractante ya que se puede solubilizar en la fase acuosa. El modificador de fase ayuda a que no se solubilice el extractante, como se puede apreciar en los tres primeros grupos de ensayos como solvesso solo.



**Figura 5.15. Resultado de medir el pH de las muestras recogidas.**

En el gráfico de la figura 5.15 se observa como el pH de las primeras muestras con TMPD es aproximadamente de 4,5. El resto de pH se encuentran entre 6 y 7.



**Figura 5.16. Resultados obtenidos de medir concentración de boro en las extracciones**

En los experimentos variando la concentración de decanol en el gráfico de la figura 5.16 se vuelve a observar como el extractante BEPD es el que mejor mantiene el porcentaje de extracción entre de la primera y la quinta extracción, ya que la diferencia es solo aproximadamente de un 16 %, este comportamiento se puede observar con 20 y con 30 % decanol. Aunque el porcentaje de extracción no sea tan elevado, es el que mejor se mantiene. Extrae un 7 % más el extractante BEPD con 20 % decanol que con 30 %, en este caso el modificador de fase no favorece la extracción.

El extractante TMPD en la primera extracción, obtiene un elevado porcentaje de extracción pero a medida que se van realizando las sucesivas extracciones va disminuyendo bastante su capacidad de extracción. Funciona mejor el extractante TMPD con 30 % decanol ya que de la primera extracción a la quinta hay una diferencia de un 50 % y con 20 % decanol la diferencia es de un 65 % aproximadamente.

El extractante EHD es el que peor extrae y menos se mantiene como en las anteriores pruebas realizadas.

Después de ver los resultados obtenidos, se ha propuesto trabajar con otro modificador de fase, el dodecanol.

Los resultados de los pH y concentraciones de boro para el extractante TMPD se presentan en los gráficos siguientes.

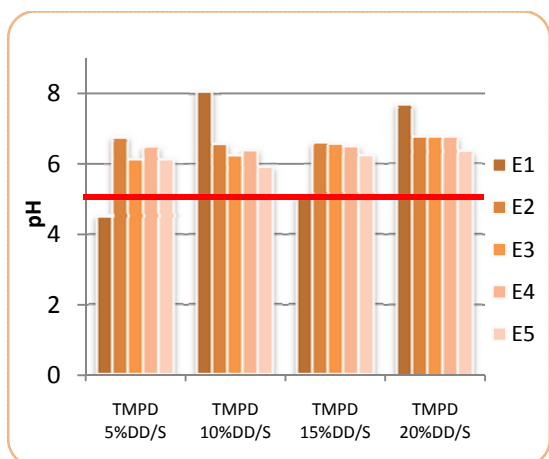


Figura 5.17. Medición de los pH

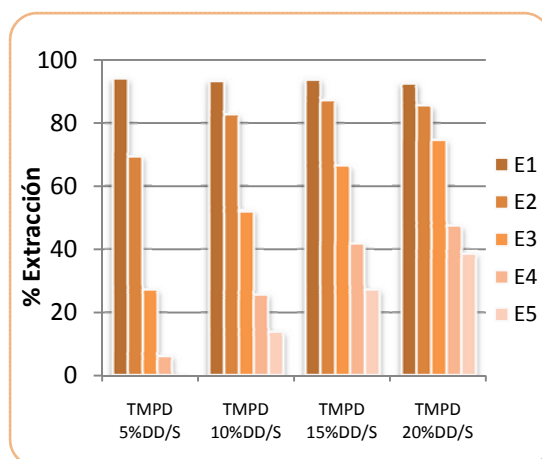


Figura 5.18. Medición de las extracciones

El gráfico de la figura 5.18 muestra como aumentando la concentración de dodecanol en los extractantes, también aumenta el porcentaje extracción del extractante en las sucesivas extracciones. Se puede apreciar más este aumento en la segunda, tercera, cuarta y quinta extracción, ya que en la primera prácticamente no varía. Desde la primera extracción a la quinta con TMPD 5 % dodecanol el tanto por ciento decae hasta ser prácticamente cero pero si se aumenta el dodecanol hasta un 20 % la diferencia que hay entre la primera extracción y la última es de un 55 % aproximadamente.

Los resultados de los pH y concentraciones de boro para el extractante BEPD se presentan en los gráficos siguientes.

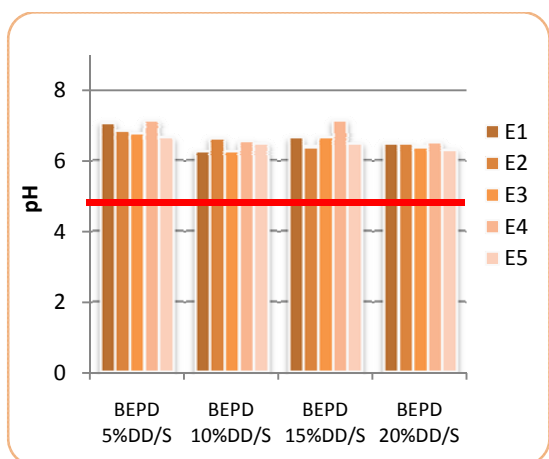


Figura 5.19. Medición de los pH

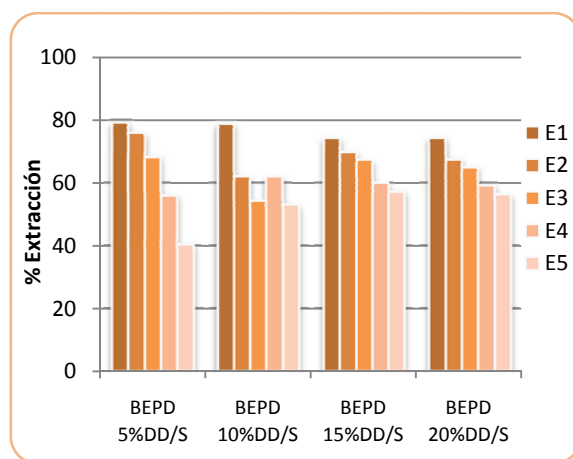


Figura 5.20. Medición de las extracciones

En la figura 5.19 se observa como el pH de las muestras recogidas es muy parecido en todas, se mantiene entre pH 6 y 7, incluso después de los lavados.

En el gráfico 5.20 también se puede observar como aumentando la cantidad de dodecanol se consigue más estabilidad en las sucesivas extracciones. Parece que el extractante más estable es BEPD 15 % dodecanol ya que la diferencia de la primera a la última extracción es de un 23%. El BEPD 20 % dodecanol es muy parecido al del 15 % pero un poco más bajo. Los de 5 y 10 % dodecanol dan valores más inestables.

Los resultados de los pH y concentraciones de boro para el extractante EHD se presentan en los gráficos siguientes.

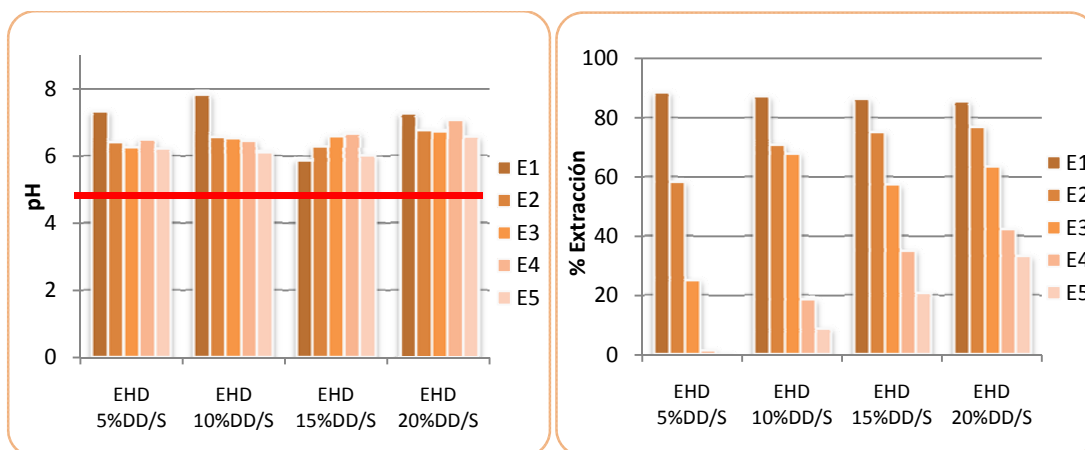


Figura 5.21. Medición de los pH

Figura 5.22. Medición de las extracciones

El gráfico 5.21 muestra los valores de pH de las muestras. Las primeras extracciones en casi todos los casos es un poco más alto el pH que en el resto de extracciones esto puede ser debido a que en el lavado se le añade una gota de ácido clorhídrico a la solución de cloruro de sodio 0,5 M.

En el gráfico 5.22 se observa también la mejoría en la estabilidad de extracción del extractante a medida que se le añade dodecanol pero aun mejorando está por debajo del resto de extractantes.



5.2.5.2.2. COMPARACIÓN DE LOS EXTRACTANTES CON DECANOL Y CON DODECANOL

Con los resultados obtenidos hasta el momento se va a poder evaluar el modificador de fase con el que se va a seguir trabajando.

A continuación se presentan unos gráficos en los que se comparan los resultados obtenidos utilizando decanol y dodecanol como modificador de fase para cada extractante.

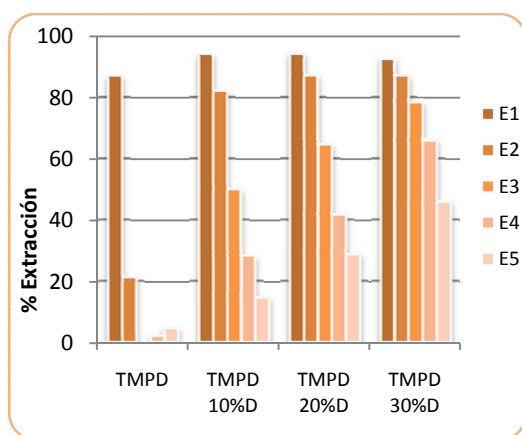


Figura 5.23. Medición con extractante TMPD y decanol

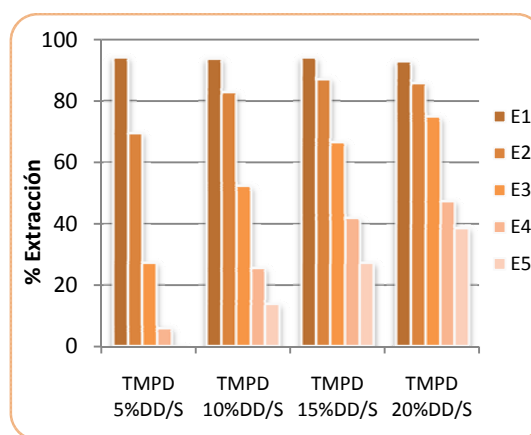


Figura 5.24. Medición con extractante TMPD y dodecanol

El extractante TMPD tanto con el decanol como con el dodecanol, en la primera extracción extrae aproximadamente del orden de 90 % de boro pero a medida que se van realizando más extracciones cada vez disminuye más el porcentaje de extracción. Se observa que a medida que se va aumentando la concentración de decanol o dodecanol también mejora el % de extracción pero no es suficiente, sigue sin mantenerse.

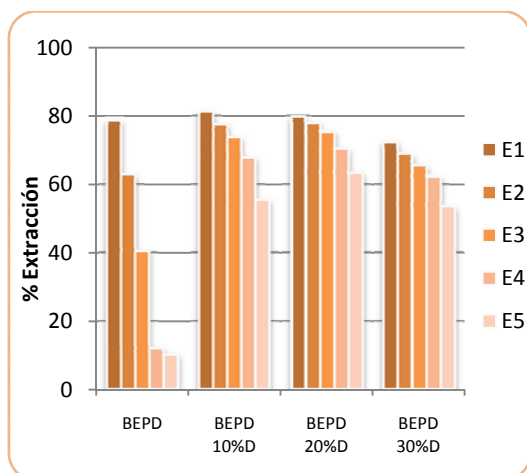


Figura 5.25. Medición con extractante BEPD y decanol

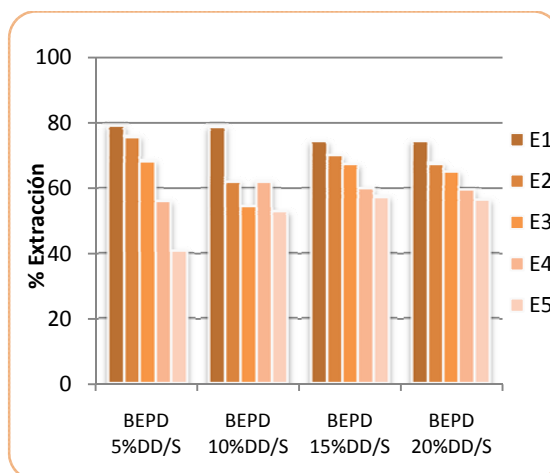


Figura 5.26. Medición con extractante BEPD y dodecanol

El extractante BEPD es el que mejor funciona. Si comparamos los dos gráficos se puede apreciar que aunque con dodecanol mantiene su porcentaje de extracción, cerca de un 23 %, con decanol es un poco mejor ya que la diferencia entre la primera y última extracción es de un 16 %.

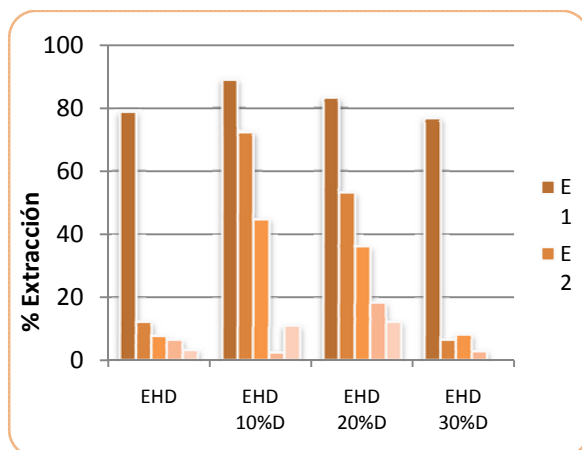


Figura 5.27. Medición con extractante EHD y decanol

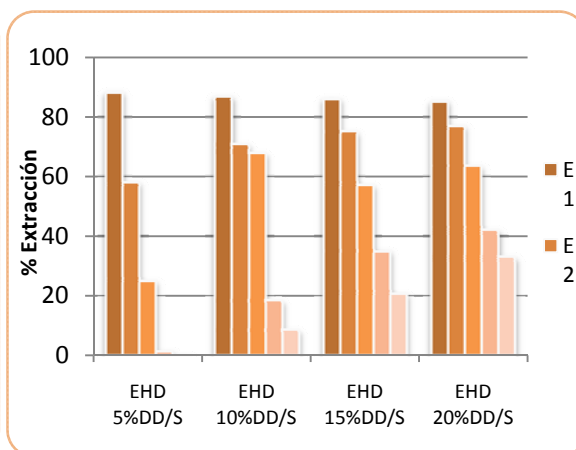


Figura 5.28. Medición con extractante EHD y dodecanol

El extractante EHD con decanol extrae bastante mal como se observa en el gráfico 5.27, en cambio con dodecanol mejora un poco la capacidad de extracción a medida que se va aumentando la concentración de dodecanol. Aun así el % de extracción no se mantiene mucho.

#### 5.2.5.2.3. CONCLUSIÓN

La primera fase del proyecto ha consistido en realizar una serie de experimentos con diferentes extractantes, para determinar el extractante que mayor porcentaje de boro extraído proporciona y el que mantiene su capacidad de extracción realizando sucesivas extracciones.

Después de haber realizado las pruebas, se ha llegado a la conclusión de que el extractante que mejor funciona es BEPD 20 % decanol con solvesso.

Paralelamente a éste proyecto se ha realizado los mismos ensayos, utilizando los mismos extractantes y las mismas concentraciones de decanol y dodecanol, pero con otro disolvente orgánico el queroseno. En este caso, también se ha llegado a la conclusión de que uno de los extractantes que funciona mejor es el de BEPD 20 % decanol.

Como el solvesso es un compuesto más nocivo que el queroseno, considerando todos los resultados de extracción, al final se ha decidido escoger el BEPD 20 % decanol con queroseno como el mejor extractante para realizar el resto de ensayos.

#### 5.2.5.3. *Condiciones óptimas de trabajo con el extractante BEPD*

Una vez elegido el extractante que se va utilizar, se quiere ver qué condiciones son las óptimas para mejorar el porcentaje de extracción. Para ello se han realizado varias pruebas:

- Variación de la concentración de extractante
- Influencia de la acidez
- Reutilización del extractante BEPD
- Variación de la concentración de NaOH en el Stripping
- Isotherma de extracción

5.2.5.3.1. VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE EXTRACTANTE

Hasta el momento se ha trabajado con una concentración de extractante de 0.265 M como valor de referencia, pero ahora se quiere hallar cual es la concentración en la que mejor se extrae boro.

Para ello se realiza una serie de extracciones con diferentes concentraciones de extractante BEPD 20 % decanol y queroseno.

Se preparan las siguientes concentraciones de BEPD 20 % decanol y queroseno: 0.1, 0.15, 0.20, 0.25, 0.30, 0.40 y 0.5 M. Para elaborar los extractantes lo que se hará es preparar 100 mL del extractante que tiene mayor concentración y a partir de este, se preparan el resto de diluciones.

Los resultados se pueden ver en el anexo A tabla A.4, seguidamente se presentan los resultados obtenidos en los ensayos:

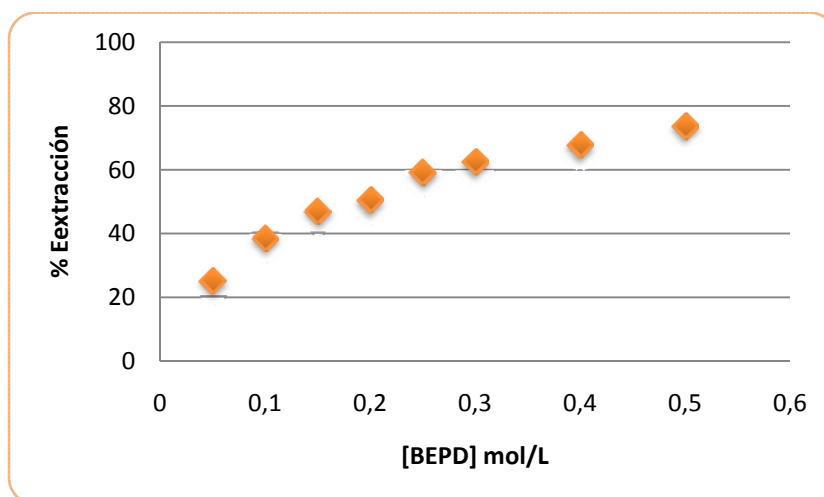


Figura 5.29. Variación de la concentración de extractante

En el gráfico 5.29 se observa como a medida que se aumenta la concentración de extractante también aumenta el porcentaje de extracción, pero el gráfico muestra una tendencia a estabilizarse, ya que a medida que el extractante está más concentrado, menor es la diferencia que hay en el porcentaje de extracción de boro. Por lo tanto llegará un momento en el que por mucho que se aumentase la concentración de BEPD, no se aumentaría la extracción.

La concentración de extractante BEPD con la que se va a utilizar para el resto de experimentos.

5.2.5.3.2. INFLUENCIA DE LA ACIDEZ

En este apartado lo que se pretende es ver la influencia de la acidez del medio acuoso sobre el rendimiento de la extracción.

Para ello se han preparado diferentes soluciones ácidas de fase acuosa para realizar la extracción, siempre con 1000 mg/L de boro y 0,5 M de NaCl.

Las soluciones ácidas se han preparado adicionando ácido clorhídrico concentrado a un volumen determinado de la solución stock, a partir de esta, se ha adicionado poco con una cuentagotas pequeñas cantidades de solución stock ácida hasta conseguir el pH deseado midiéndolo con el pH-metro. Para basificar la solución stock se ha hecho lo mismo pero añadiendo primero NaOH 10 M.

A continuación se representan gráficamente los resultados obtenidos al medir el pH inicial de cada muestra y el pH después de realizar la extracción, (los datos están en la tabla A.5 del anexo)

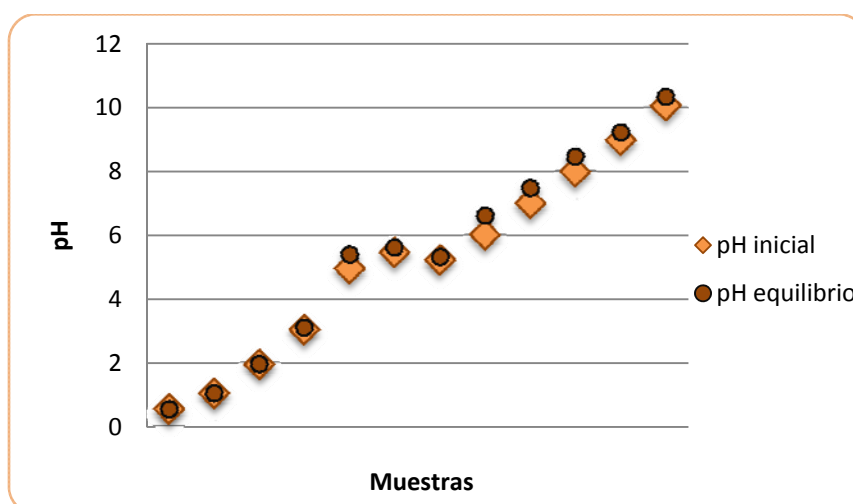
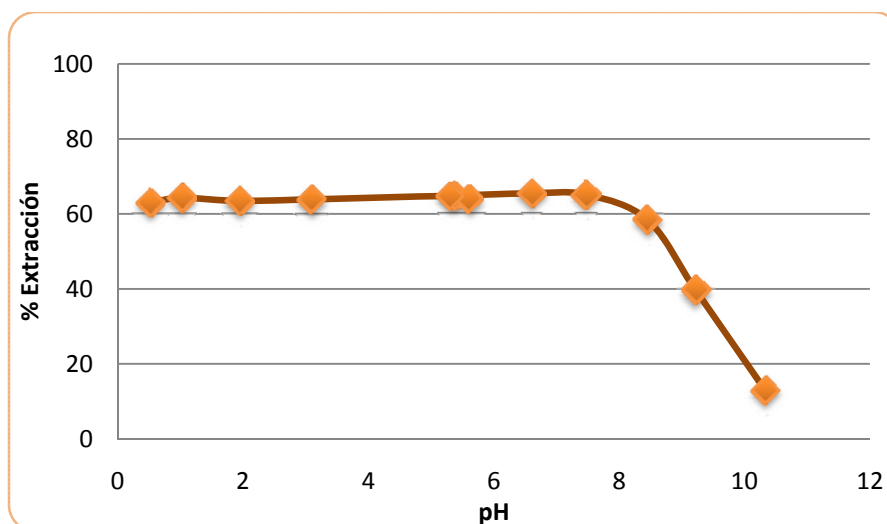


Figura 5.30. pH de las muestras iniciales y en el equilibrio

En el gráfico de la figura 5.30 se puede observar como el pH de las muestras varía muy poco de la inicial al equilibrio. En las muestras que varía un poco el pH es porque aumenta muy poco en el equilibrio y esto es debido a que al extraer el boro en forma de ácido bórico se están extrayendo protones del medio.



**Figura 5.31. Influencia de la acidez en la eliminación de boro**

En el gráfico 5.31 se puede observar que el porcentaje de extracción se mantiene constante más o menos al 65 % desde pH 0,5 hasta, más o menos, pH 7,5. A partir de este punto si se aumenta el pH de la fase acuosa, la extracción empieza a disminuir llegando a un 13 % de extracción para un pH de 10,3.

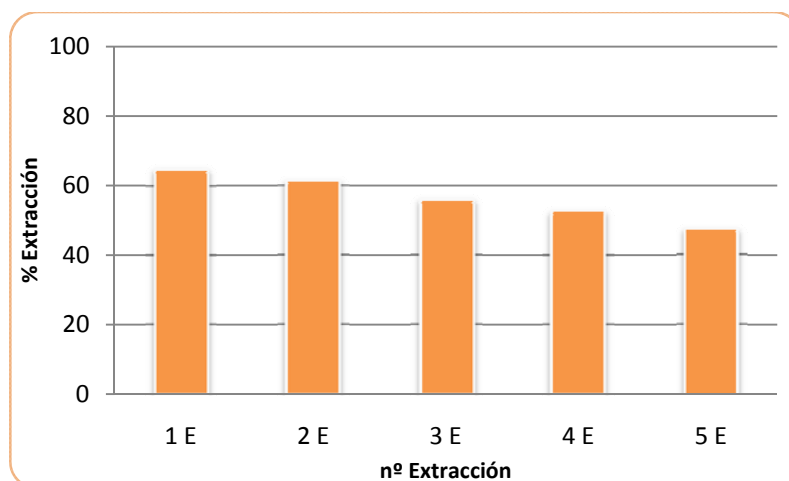
Esto es debido a que a partir de pH 7,5 aproximadamente, el boro empieza a aparecer en forma borato en la solución acuosa en vez de en ácido bórico y el extractante que se utiliza no extrae boratos

#### 5.2.5.3.3. REUTILIZACIÓN DEL EXTRACTANTE BEPD

En este apartado se pretende ver la capacidad de reutilización del extractante BEPD en las condiciones de trabajo, es decir, con una concentración 0,3 M de BEPD, 20 % decanol y queroseno.

Para ello se ha puesto en un embudo de extracción 10 ml de BEPD 0,3 M, 20 % decanol y queroseno en la fase orgánica y 10 ml de solución stock y se le han realizado cinco extracciones, cinco strippings y cinco lavados.

En el gráfico siguiente se muestran los resultados de este experimento, los valores se pueden ver en la tabla A.6. en el anexo A.



**Figura 5.32. Resultados obtenidos en la reutilización del extractante**

En el gráfico 5.32 podemos observar como el porcentaje de extracción disminuye un poco con cada extracción. Entre la primera y quinta extracción la diferencia es aproximadamente del 17 % de extracción, más o menos la misma diferencia que había utilizando solvesso. Por lo tanto, el extractante si que se puede reutilizar.

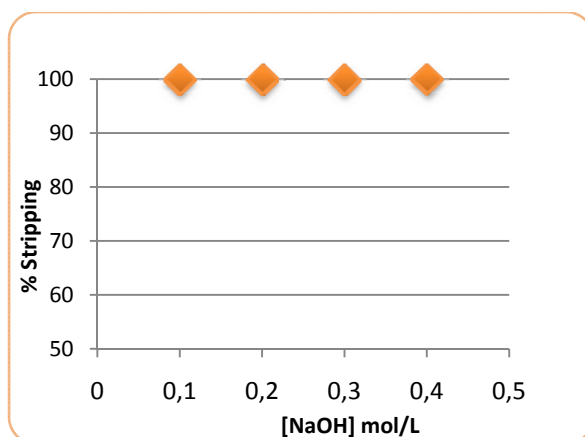
#### 5.2.5.3.4. VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE NaOH EN EL STRIPPING

Hasta el momento se ha utilizado siempre en el stripping la misma concentración de NaOH, con esta prueba lo que se pretende, es determinar si es posible reducir la concentración de NaOH manteniendo los mismos resultados. Para ello, en un embudo de extracción de 50 ml se han adicionado 21 mL de fase orgánica (BEPD 20% decanol/solvesso) y 21 mL de fase acuosa (1000 mg/L B y 0,5 M NaCl) y se ha realizado el procedimiento de extracción habitual. Después, se ha recogido la fase orgánica y se han puesto, en cuatro embudos de extracción, 5 ml de la fase orgánica y se la ha añadido en cada tubo 5 ml de NaOH de diferentes concentraciones que van de 0,1 a 0,4 M NaOH. Así se pueden comparar los resultados.

Este ensayo se ha realizado con solvesso porque aun no se disponía de la información que ha permitido cambiar de disolvente orgánico.

Los datos de la extracción y de los correspondientes strippings se presentan en la tabla A.7. que se encuentra en el anexo A.

A continuación se puede ver representado el porcentaje de stripping obtenido para cada concentración de hidróxido de sodio.



**Figura 5.33. Porcentaje de stripping variando la concentración de NaOH**

En el gráfico de la figura 5.33 se observa que aunque se varía la concentración de NaOH, el porcentaje de stripping se mantiene en un 100%. Así que no haría falta utilizar una concentración tan alta de hidróxido de sodio.

Pero se ha de tener en cuenta, que a concentraciones bajas el proceso de separación de las fases no es tan bueno y se debería añadir una solución salina (NaCl) para aumentar la concentración de sales, ya que si no, se pueden formar emulsiones que dificulten la separación. Esto es debido a que la presencia de sales en la fase acuosa, incrementa la fuerza iónica del medio favoreciendo la separación.

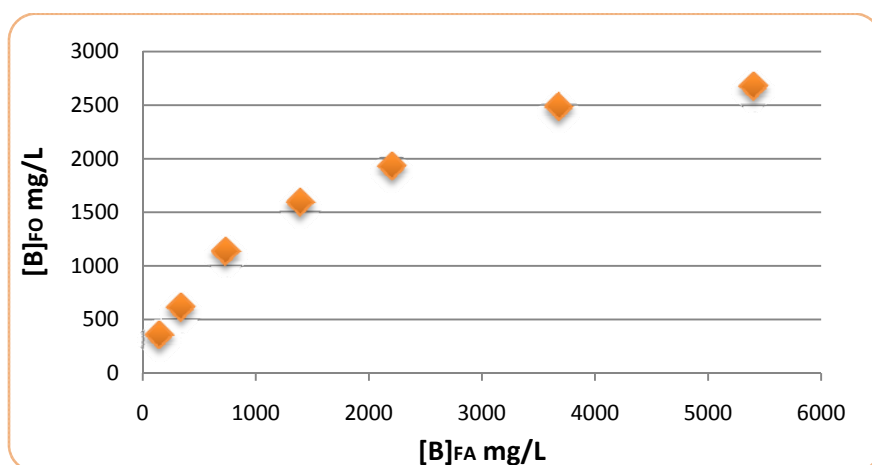
#### 5.2.5.3.5. ISOTERMA DE EXTRACCIÓN

El objetivo en este experimento es obtener de manera experimental la isoterma del sistema de extracción para el boro. La curva obtenida experimentalmente representa el equilibrio del sistema y como se distribuye el boro en la fase orgánica y acuosa, para este sistema.

Para realizar la isoterma se han utilizado siete embudos de extracción. La fase orgánica siempre es la misma, contiene 10 mL de extractante 0,3 M de BEPD, un 20 % decanol y queroseno. En la fase acuosa hay 10 mL de NaCl 0,5 M y la concentración de boro que varía de 500 a 8000 mg/L en cada embudo, los valores tan elevados de boro en la fase acuosa permiten estudiar el equilibrio en un margen amplio de concentraciones y poder evaluar la capacidad máxima de extracción del extractante BEPD 20 % decanol con queroseno.

Los resultados obtenidos al realizar la isoterma se muestran en la figura 5.34 también se pueden ver en el anexo A en la tabla A.8:





**Figura 5.34. Isoterma de extracción para el extractante 0,3 M BEPD, 20 % decanol/queroseno**

El gráfico 5.34 representa la concentración del boro en equilibrio en la fase orgánica frente a la concentración de boro en equilibrio en la fase acuosa, una vez realizada la extracción.

Se puede observar como la curva tiene tendencia a estabilizarse y si se fuera aumentando la concentración de boro de la solución de partida, llegaría un punto en que la concentración de boro admisible en la fase orgánica se mantendría constante y no se extraería más determinando así la capacidad máxima de extracción del extractante.

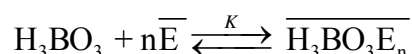
La obtención de este punto a partir del cual la concentración de boro en la fase orgánica no aumenta aunque la solución de fase acuosa inicial sea mayor, no se ha podido determinar ya que, soluciones de boro por encima de 800 mg/L de concentración, aparece precipitado.

#### 5.2.5.4. Modelo matemático

En este apartado se pretende encontrar un modelo matemático que describa el proceso de extracción de boro mediante BEPD y que permita predecir los valores de extracción en diferentes condiciones de trabajo.

5.2.5.4.1. DETERMINACIÓN DE LA ESTQUIOMETRIA DE LA REACCIÓN Y DEL COEFICIENTE ESTEQUIOMÉTRICO

En función de las condiciones del medio acuoso, el boro se puede encontrar formando diferentes especies:  $H_3BO_3$ ,  $HBO_4^-$ ,  $H_2BO_3^-$ ,  $B_3O_3(OH)_4^-$ ,  $B_3O_3(OH)_5^-$ . Pero durante el proceso de extracción y, dadas las condiciones del medio acuoso (NaCl, pH...), la especie predominante se extrae en forma de ácido bórico. Por lo tanto, la reacción de extracción se puede escribir como:



El objetivo de este apartado será, determinar la constante de extracción del ácido bórico con el extractante BEPD.

La constante de extracción correspondiente a esta reacción es la siguiente:

$$K_e = \frac{[\overline{H_3BO_3E_n}]}{[H_3BO_3] \cdot [\bar{E}]^n}$$

Donde las especies con barra superior representan especies de la fase orgánica.

Si se define (D) coeficiente de distribución del boro, como la relación entre la concentración de boro en la fase orgánica y la de boro en la fase acuosa, se puede expresar:

$$D = \frac{[\overline{H_3BO_3}]}{[H_3BO_3]_{acuoso}}$$

Teniendo en cuenta el coeficiente de distribución, D, y considerando que:  $[\overline{H_3BO_3}] = [\overline{H_3BO_3 \cdot E_n}]$

La constante de extracción se puede reescribir en función de el coeficiente de distribución como:

$$K_e = \frac{D}{[\bar{E}]^n}$$

Esta expresión se puede linealizar aplicando logaritmos:

$$\ln K_e = \ln D - n \cdot \ln[\bar{E}]$$

Reordenando la ecuación anterior se obtiene:

$$\ln D = \ln K_e + n \cdot \ln[\bar{E}]$$

La representación gráfica de  $\ln D$  respecto  $\ln [\bar{E}]$  permite obtener una recta cuya pendiente es el valor del coeficiente estequiométrico ( $n$ ) y la ordenada en el origen  $\ln K_e$  permite hallar la  $K_e$ .

Para este tipo de reacción el coeficiente estequiomérico es en general 1 o 2, así que en primer lugar se va a determinar este coeficiente. Para ello, se han empleado los resultados del experimento en que se variaba la concentración inicial de extractante en la fase orgánica, ya que la concentración de extractante es la variable independiente de la ecuación, mientras que los otros valores se mantienen constantes. (datos del apartado 2.2.6.3.1).

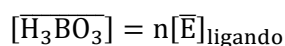
Así se determina:

$$[\overline{H_3BO_3}] = [H_3BO_3]_{\text{inicial}} - [H_3BO_3]$$

Donde:

- $[H_3BO_3]_{\text{inicial}}$  es la concentración de ácido bórico que hay en la fase acuosa antes de realizar la extracción, en este experimento 1000 mg/L.
- $[H_3BO_3]$  es la concentración de soluto en el equilibrio que queda en la fase acuosa después de realizar la extracción, cuyo valor se conoce por análisis.
- $[\overline{H_3BO_3}]$  es la concentración de ácido bórico en la fase orgánica, en el equilibrio después de la extracción.

Según la reacción:



Con:

- $[\bar{E}]_{\text{ligando}}$  es la concentración de extractante en el equilibrio que ha reaccionado con el ácido bórico, después de la extracción.
- $n$  es el coeficiente estequiométrico de la reacción que tiene lugar entre el ácido bórico y el extractante.

$$[\bar{E}]_{\text{libre}} = [\bar{E}]_{\text{inicial}} - [\bar{E}]_{\text{ligando}} = [\bar{E}]_{\text{inicial}} - \frac{[\overline{H_3BO_3}]}{n}$$

Donde:

- $[\bar{E}]_{\text{inicial}}$  es la concentración de extractante antes de realizar la extracción.
- $[\bar{E}]_{\text{libre}}$  es la concentración de extractante en el equilibrio que queda libre y no ha reaccionado con el ácido bórico en la fase orgánica.

A partir de las relaciones que se han descrito se pueden realizar los cálculos para encontrar el coeficiente estequiométrico de la reacción y la constante de extracción de forma gráfica.

**Suponiendo que n = 1**

Se realizan los calculos correspondientes que se encuentran en el apartado C.2 del anexo C y con los datos obtenidos mediante los cálculos ( ver tabla C.1 del anexo C), se representan gráficamente los valores.

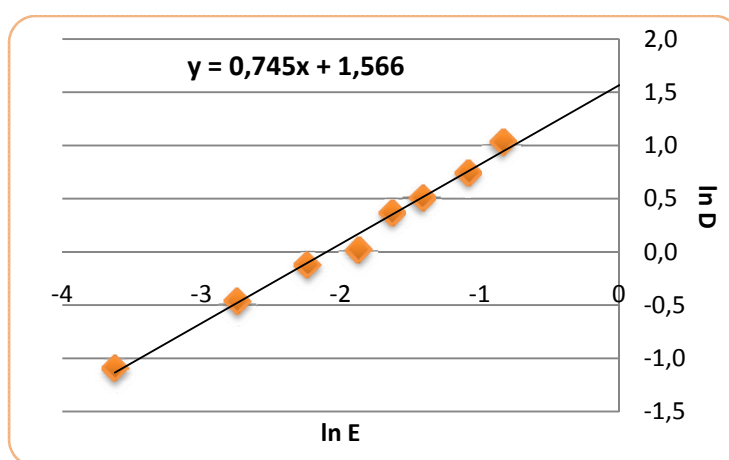


Figura 5.35. Determinación de la pendiente de la recta para la reacción del boro

Del gráfico anterior se obtiene la ecuación siguiente:

$$\ln D = 0,745 \cdot \ln [\text{BEPD}] + 1,566 \text{ (ec. 1)}$$

La pendiente de la recta da un valor de 0,75, si se suprimen alguno de los puntos se mejora el valor de la pendiente hasta llegar a 0,8.

**Suponiendo n = 2**

Se realizan los mismos cálculos pero teniendo en cuenta que n vale 2, los resultados se encuentran en la tabla C.2 del anexo C.

A continuación se representa gráficamente los valores de ln D/ln E para este caso:

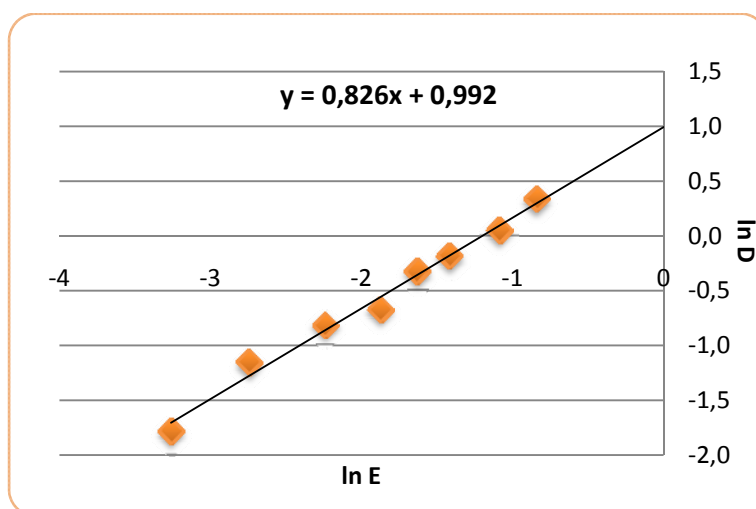


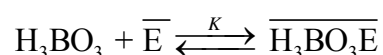
Figura 5.36. Determinación de la pendiente de la recta para la reacción del boro

Del anterior gráfico se obtiene la ecuación siguiente:

$$\ln D = 0,826 \cdot \ln [\text{BEPD}] + 0,992$$

Según los valores obtenidos la pendiente de la recta da un valor de 0,8. Este valor debería ser aproximadamente 2, por lo que se descarta que el ácido bórico y el extractante reaccionen 1 a 2.

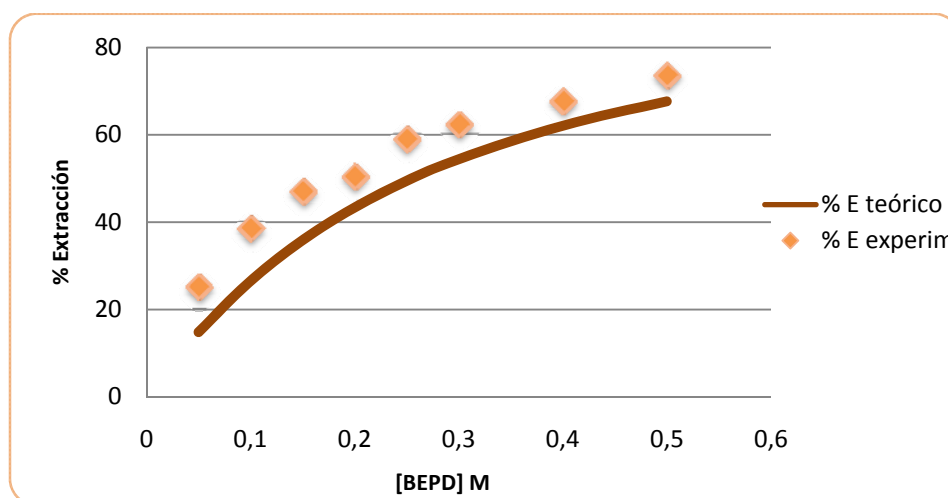
Por tanto se acepta que la aproximación para el caso  $n=1$  es mucho mejor que la obtenida ahora y se confirma que la reacción es 1 a 1 y se presenta de la siguiente manera:



Para calcular el valor de la constante de equilibrio se parte de la ecuación ec.1, sabiendo que:

Con estos datos se recalcula de forma teórica los valores experimentales que disponemos, de esta manera, se pueden validar el modelo propuesto en el apartado anterior y comparar la constante de extracción hallada.

Así se puede ver representado gráficamente los resultados obtenidos teóricamente utilizando  $K_e = 4,79$ , del ensayo de variación de la concentración inicial de extractante frente a los resultados experimentales obtenidos. Los cálculos se encuentran en la tabla C.3 del anexo C.



**Figura 5.37. Variación del % de extracción teórica y experimental a diferentes concentraciones de extractante**

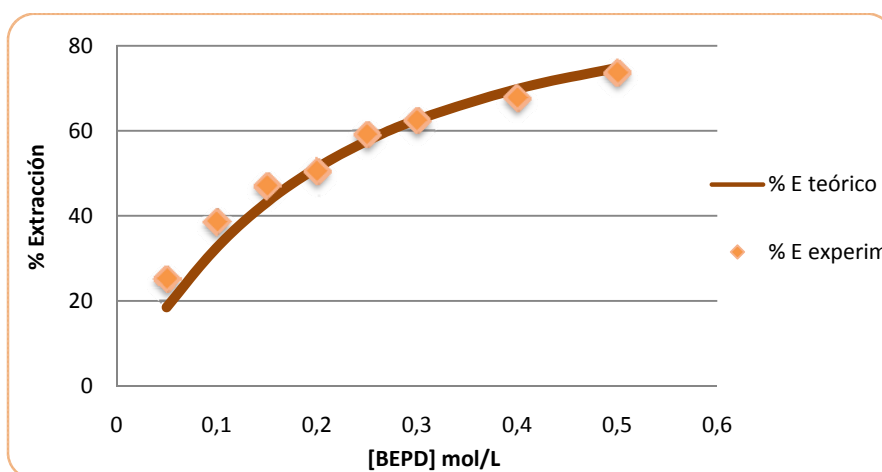
Observando la curva generada por el modelo en la figura 5.37, se puede valorar que el modelo teórico no se ajusta realmente a los datos experimentales aunque sigan la misma tendencia. Los valores teóricos son inferiores a los experimentales. Estas diferencias son debidas al hecho de que trabajamos con logaritmos y por tanto un desvío en los resultados experimentales, producen una desviación que puede ser muy importante

#### 5.2.5.4.2. AJUSTE DE LA CONSTANTE DE EXTRACCIÓN

Como alternativa al sistema anterior se propone en este apartado, determinar  $K_e$  mediante un sistema iterativo de resolución, con el soporte informático de la macro Solver, incluida en el excel.

En general, consiste en reajustar  $K_e$  dándole valores, y a partir de las concentraciones iniciales de boro y de extractante se pueden hallar las concentraciones en el equilibrio para esa  $K_e$ . Con los valores de las concentraciones en equilibrio, lo que hace el programa es compararlos con los obtenidos experimentalmente mediante la suma de las diferencias de los resultados experimentales y teóricos. Cuanto más pequeño sea el resultado de las sumas (más próximo a cero), más se ajustaran los valores teóricos a los experimentales.

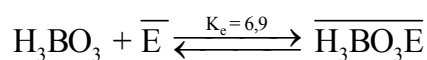
Seguidamente se muestra el gráfico obtenido hallando la  $K_e$  que más se ajusta a este experimento. Los cálculos realizados se encuentran los resultados en la tabla C.4.



**Figura 5.38. Variación del % de extracción teórica y experimental a diferentes concentraciones de extractante con la  $K_e$  de 6,9**

Se observa como la constante de 6,9 se ajusta de manera muy precisa al comportamiento del sistema, especialmente en la zona de trabajo.

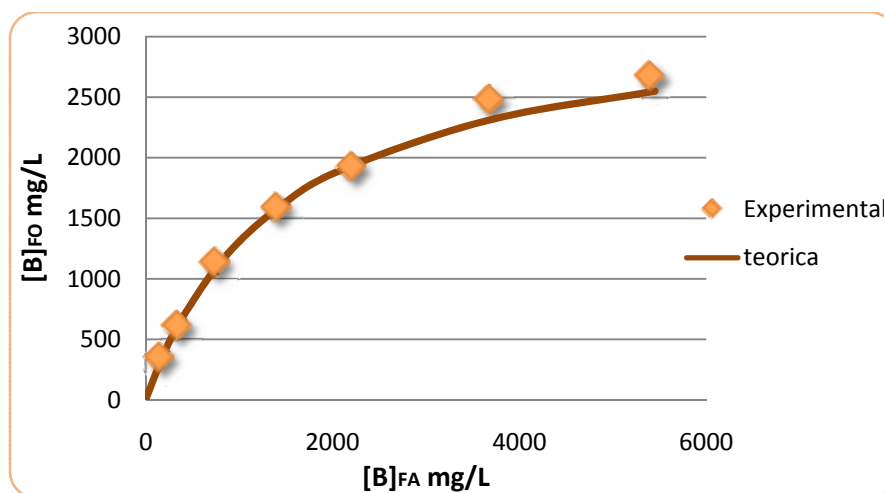
Así que el modelo propuesto es:



El experimento de la variación de extractante ha permitido realizar el ajuste y por tanto, es lógico que se puedan reproducir los resultados experimentales.

Para corroborar el modelo se generará datos teóricos de la isoterma de extracción en las mismas condiciones que se realizó en el laboratorio, es decir, la concentración inicial de BEPD es de 0,3 M y la concentración inicial de boro variando desde 500 a 8000 mg/L en medio cloruros.

Los datos teóricos generados se especifican en el anexo X, y se han graficado en la figura 5.39.



**Figura 5.39. Variación del % de extracción teórica y experimental de la isoterma de extracción con la  $K_e$  de 6,9**

En la figura 5.39 se puede ver que el modelo también se ajusta a los valores experimentales de la isoterma de extracción.

Como se acaba de comprobar este modelo permite predecir el proceso de extracción de boro con el extractante BEPD en las condiciones fijadas, para diferentes condiciones de trabajo.

#### 5.2.5.4.3. CONCLUSIONES

Después de estudiar el modelo matemático del proceso de extracción de boro se llega a la conclusión de que representa de forma bastante exacta el comportamiento del sistema.

Esto hace que se pueda utilizar el modelo matemático y la constante de equilibrio 6,9 para diseñar y predecir el comportamiento de cualquier condición de extracción líquido-líquido para el boro y el extractante BEPD 20 % decanol con queroseno.



### 5.3. Separación de Boro mediante procesos de membrana

#### 5.3.1. Introducción

En este apartado se pretende evaluar la posibilidad de transportar boro, para su posterior aplicación como técnica de eliminación de boro en efluentes, mediante un sistema de membranas líquidas soportadas. Para ello se utiliza el extractante escogido en el apartado X, ya que son las condiciones óptimas halladas para extraer el boro y determinar la permeabilidad de la membrana a diferentes concentraciones de extractante.

#### 5.3.2. Material utilizado

El material de laboratorio utilizado para realizar los ensayos de extracción es el que se usa normalmente en el laboratorio, a excepción de la membrana líquida soportada.

La membrana utilizada es una membrana plana, con el tamaño del poro de  $0,45\ \mu\text{m}$ , un diámetro de  $0,45\ \text{mm}$  y de un material hidrofóbico (PVDF).

A continuación en la figura 5.37 se puede ver una imagen de las membranas utilizadas.



**Figura 5.40. Membrana líquida soportada impregnada en extractante**

### 5.3.3. Equipamiento

- *Balanza*: Marca *COBOS*. Ver figura 5.7
- Agitador-calefactor magnético: Marca *AGIMATIC-N*. Ver figura 5.8
- Cronómetro
- Celdas de extracción con membrana *SLM* plana.
- Palas de agitación conectadas a un motor.

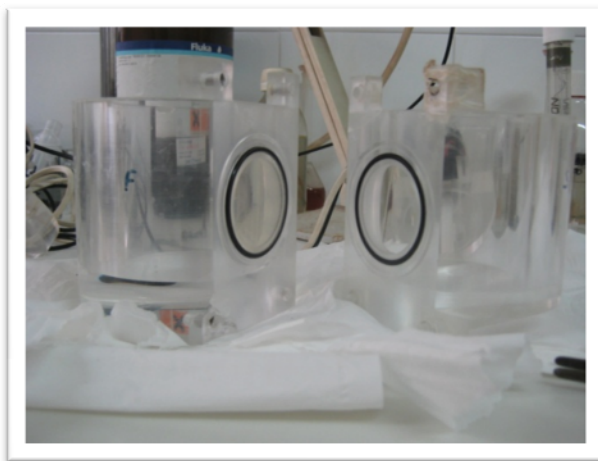


Figura 5.41. Soporte de membranas líquidas

### 5.3.4. Reactivos utilizados

#### Fase Orgánica

Los reactivos utilizados en la fase orgánica son: queroseno como disolvente orgánico, decanol como modificador de fase y el extractante es el BEPD.

#### Disolución de Alimentación (carga)

Son los reactivos empleados para preparar la solución stock.

#### Disolución stripping

La solución stripping varia de la disolución de stripping en la extracción, en este caso se ha utilizado hidróxido de sodio y Cloruro de Sodio

### 5.3.5. Procedimiento

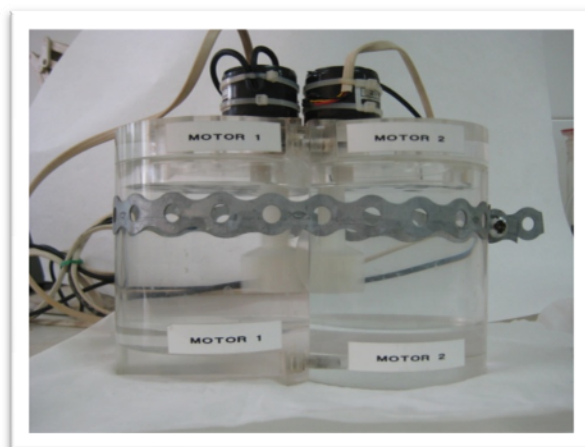
Los experimentos se han llevado a cabo en una celda de metacrilato que consta de dos compartimentos de 220 cm<sup>3</sup> de capacidad cada uno, separado por una ventana circular de 3,8 cm de diámetro donde se coloca la membrana. A continuación, en la figura 5.42 se puede ver uno de estos compartimentos.



**Figura 5.42. Soporte de un sistema de membranas**

La membrana líquida consiste en una disolución orgánica del extractante (BEPD, 20 % decanol y queroseno) retenida en los poros de un soporte inerte. Se realizan tres ensayos con diferentes concentraciones de extractante 0,15 M, 0,30 M y 0,50 M de BEPD, con el objetivo de determinar la influencia de este sobre la permeabilidad. La membrana tiene que estar un día entero sumergida en el extractante dentro de una cápsula de petri, pasado este tiempo de contacto necesario para que el soporte quede totalmente impregnado, con mucho cuidado, se coge la membrana con unas pinzas y se deja escurrir para que gotee el exceso de extractante.

Una vez impregnado el soporte, se coloca en la ventana de uno de los compartimentos con unas pinzas y se “sellan” las dos celdas mediante tornillos. Después se introducen 220 mL de la disolución de carga y de stripping en ambos casos. La disolución de carga contiene 1000 mg/L de boro y 0,5 M de cloruro de sodio y la solución de stripping tiene una composición de 0,1 M de hidróxido de sodio y 0,2 M de cloruro de sodio. A continuación se muestra una imagen del montaje.



**Figura 5.43. Imagen del montaje para las membranas líquidas soportadas**

En estos ensayos con membranas se ha preferido que la solución de re-extracción no tenga las mismas condiciones que la solución stripping preparada para realizar los experimentos con extracciones ya que la concentración de hidróxido de sodio 0,5 M es bastante elevada y esto puede dañar la membrana, así que se utiliza hidróxido de sodio 0,1 M ya que de un 100 % re-extracción y se añadirá sal (cloruro de sodio 0,2 M) para evitar que se formen emulsiones.

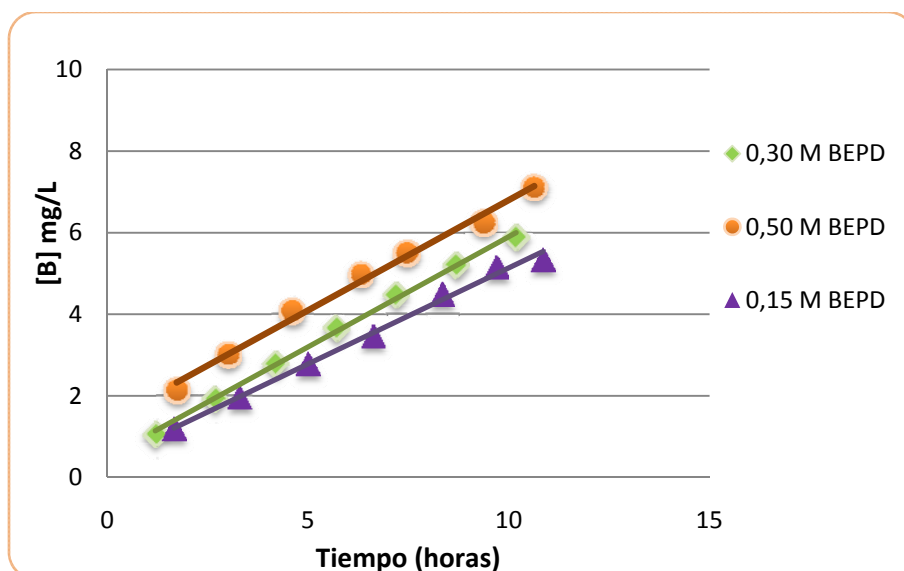
El sistema de agitación consiste en unas palas de metraquilato accionadas por un motor que se conecta a una fuente de alimentación para conseguir que roten. En el momento que se inicia la agitación a 13 rpsse comienza a contabilizar el tiempo.

Para hacer un seguimiento del boro en la extracción y stripping, se cogen periódicamente 20 mL de muestra del compartimento de re-extracción, ya que se puede apreciar mejor la concentración de boro. Estas muestras se analizan, según el procedimiento descrito anteriormente, con el método analítico del azomethine.

### **5.3.6. Ensayos y resultados**

Los cálculos realizados para determinar la concentración de boro corrigiendo la variación de volumen se especifica en la tabla A.9 del anexo A.

A partir de las concentraciones de boro analizadas se presenta un gráfico con los resultados obtenidos con el tiempo, se pueden ver los valores en la tabla A.9 del anexo A.



**Figura 5.44. Transporte de boro en membranas líquidas soportadas con diferentes concentraciones de extractante.**

En el gráfico de la figura 5.44 se puede observar los resultados obtenidos en los tres ensayos realizados con diferente concentración de extractante. Se aprecia un aumento lineal de la concentración de boro en la disolución de stripping a medida que pasa el tiempo

También se puede observar en la figura 5.44, que al aumentar la concentración de extractante BEPD, también aumenta el transporte de boro.

### 5.3.7. Modelización de las membranas líquidas soportadas

Se hace un balance de materia en estado estacionario del ácido bórico en la fase de alimentación, donde la acumulación es igual a la entrada (E) más la producción (P), menos la salida (S) y menos lo que se consume (C).

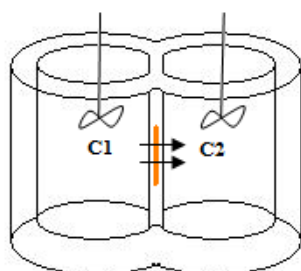


Figura 5.45. Esquema del proceso de membranas

$$A = \cancel{E} + \cancel{P} - S - \cancel{C}$$

La ecuación de velocidad para el transporte ácido bórico es:

$$\frac{d[\text{mol H}_3\text{BO}_3]}{dt} = -v$$

Donde:

- $v$  es la velocidad de transporte del ácido bórico mol/h
- $t$  es el tiempo expresado en horas

Se desarrolla la ecuación:

$$\frac{d(VC_{\text{Ac. Borico}})}{dt} = \frac{V \cdot dC_{\text{Ac. Borico}}}{dt} = -PA(C_1 - C_2)$$

Donde:

- $V$  es el volumen  $\text{cm}^3$ .
- $C_{\text{Ac. Bórico}}$  es la concentración en mol/L de ácido bórico
- $C_1$  es la concentración en mol/L de ácido bórico de la solución de carga
- $C_2$  es la concentración en mol/L de ácido bórico de la solución de stripping, dado se utiliza NaOH como solución de stripping,  $C_2 = 0$ .

Finalmente obtenemos la siguiente ecuación:

$$\frac{dC_{\text{Ac. Borico}}}{C_1} = - \frac{PA}{V} dt \quad (\text{ec. 2})$$

Donde:

- $P$  es la permeabilidad de la membrana cm/h
- $A$  es el área de la ventana del soporte que separa el compartimento de carga y de stripping expresada en  $\text{cm}^2$ .

Se integra la ecuación 2:

$$\ln \frac{C_1}{C_{10}} = - \frac{PA}{V} \cdot t$$

Donde  $C_{10}$  es la concentración inicial en mol/L de ácido bórico en el compartimento de carga.

La representación gráfica de  $\ln(C_t/C_{10})$  frente a  $t$  permite obtener el valor de la permeabilidad mediante la pendiente de la recta.

A continuación se presentan los gráficos obtenidos:

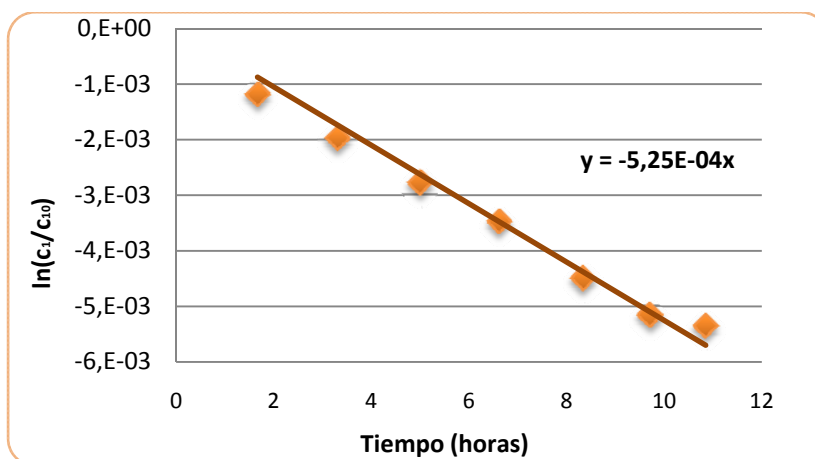


Figura 5.46. Extractante 0,15 M BEPD

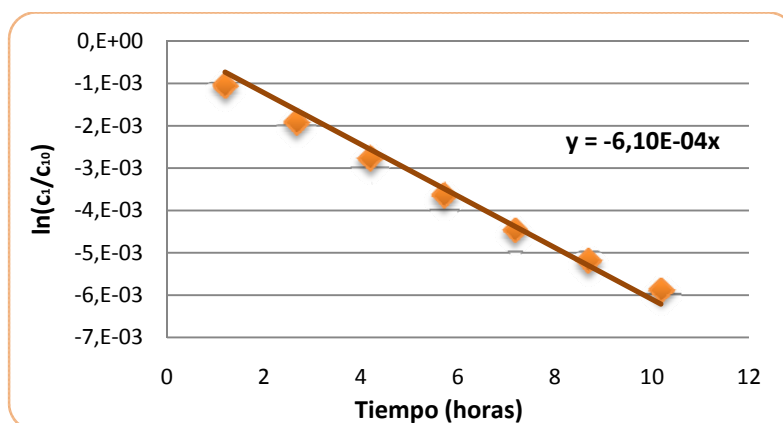


Figura 5.47. Extractante 0,30 M BEPD

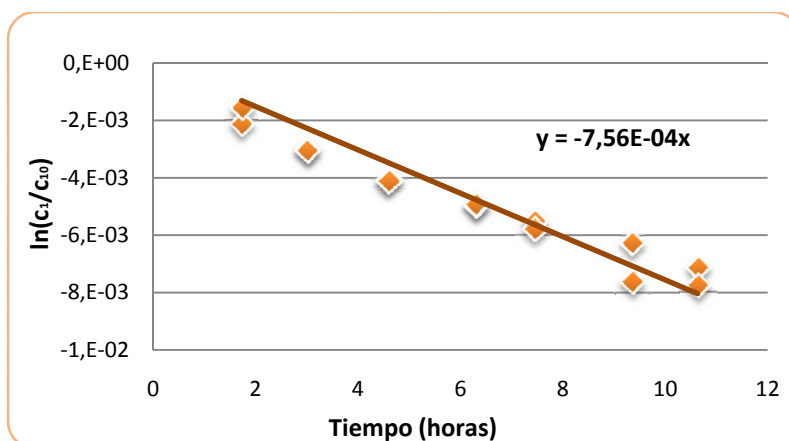


Figura 5.48. Extractante 0,50 M BEPD

La permeabilidad de cada ensayo se calcula a partir de la pendiente de las ecuaciones obtenidas en los gráficos anteriores se pueden encontrar los cálculos.

Los resultados de la permeabilidad se presentan en la tabla siguiente:

Tabla 5.5. Permeabilidad para cada concentración de extractante

[BEPD] mg/L	Permeabilidad cm/h
0,15	$2,71 \cdot 10^{-4}$
0,30	$3,15 \cdot 10^{-4}$
0,50	$3,90 \cdot 10^{-4}$

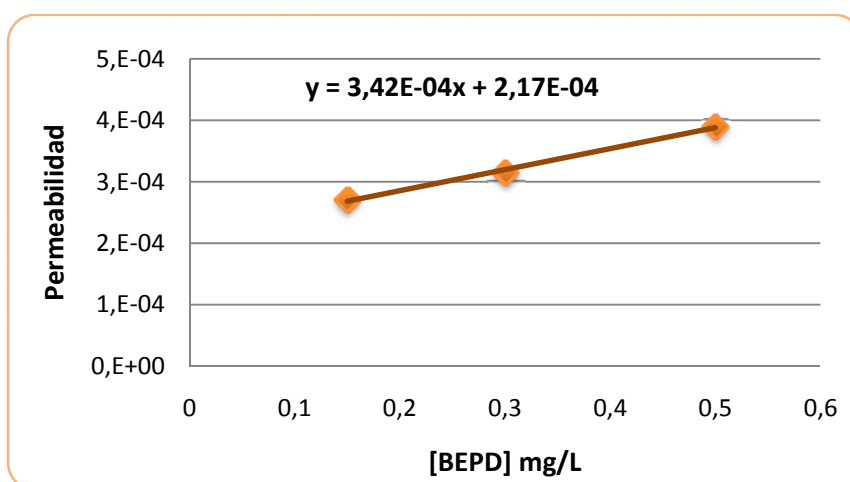


Figura 5.49. Representación de la permeabilidad frente a la concentración de extractante B



En el gráfico anterior podemos ver como el coeficiente de permeabilidad de la membrana líquida aumenta linealmente a medida que se aumenta la concentración de extractante.

La ecuación que representa la permeabilidad frente al extractante es:

$$Y = 3,42 \cdot 10^{-4} X + 2,71 \cdot 10^{-4}$$

### **5.3.8. Conclusión**

En un principio por lo que se ha visto en los gráficos se puede deducir que la permeabilidad aumenta con la concentración de extractante en el margen de concentraciones trabajado.

También se ha visto como el transporte de boro es mayor del que se esperaba en un principio, ya que según artículos publicados realizando el mismo tipo de ensayos con membranas líquidas soportadas planas obtenían unos valores inferiores.

## 6. Conclusiones generales

Una vez concluido el estudio sobre la extracción de boro en medio cloruro, se puede decir que se han logrado cumplir todos los objetivos marcados y se han llegado a las siguientes conclusiones:

- Después de realizar un gran número de ensayos para escoger el mejor extractante, probando con diferentes modificadores de fase, diferentes disolventes orgánicos y diferentes extractantes, se llega a la conclusión de que el extractante BEPD 20 % decanol con queroseno es el que mayor rendimiento en la extracción tiene. Esta elección se debe a que:
  - El BEPD es el extractante escogido finalmente como el más idóneo para la extracción de boro, porque es el que tiene mejor eficacia de extracción (65 %) y además los valores de de extracción realizando cinco extracciones son óptimos, por lo tanto, se puede reutiliza la fase orgánica.
  - El porcentaje óptimo de decanol en la fase orgánica, el porcentaje óptimo para este extractante es de un 20 % en la fase orgánica ya que, en concentraciones inferiores y superiores disminuye la eficacia de la extracción.
  - Se escoge el disolvente queroseno ya que al ser alifático es menos perjudicial medio ambientalmente que el solvesso que es un compuesto aromático.
- El porcentaje de extracción de boro aumenta con la concentración de extractante. Una concentración de 0,3 M de BEPD permite alcanzar un 65 % de extracción, valor que se considera válido para la separación de boro y que se utiliza para el resto d experimentos.
- La acidez de la fase acuosa influye en el porcentaje de extracción. Se puede trabajar hasta pH 7,5 sin observar cambios en los valores de extracción. Para concentraciones altas en la fase acuosa, se empiezan a formar boratos hecho que produce una disminución en el porcentaje de extracción.
- Para realizar el stripping se emplea hidróxido de sodio pudiendo utilizar concentraciones más bajas de 0,5 M, pero si se disminuye este valor se tiene que añadir NaCl al medio acuoso para evitar la formación de emulsiones.
- El modelo matemático propuesto a partir de los valores experimentales de la extracción de boro variando la concentración de BEPD, permite determinar por un lado el coeficiente estequiométrico de la reacción 1:1 y el valor para la constante de extracción  $K_e$  6,9. Se puede

utilizar este modelo para diseñar y predecir el comportamiento de cualquier condición de extracción líquido-líquido para el boro.

- Por lo que respecta a los ensayos realizados en membranas, el transporte de boro es superior al esperado. La permeabilidad aumenta a medida que se aumenta la concentración de extractante, y por tanto, es un método viable para la eliminación de boro en efluentes que lo contenga.
- La utilización de BEPD 20 % decanol y solvesso permite extraer boro, tanto por el método de extracción líquido-líquido como por membranas.

## 7. Bibliografía

1. A. BABOR, J; IBARZ AZNÁREZ, J. *Química general moderna*.  
Editorial Marín S.A, 1935
2. Winnacker K., Weingaertner E. *Tecnología Química I. Química industrial inorgánica*.  
Editorial Gustavo Gil. Barcelona
3. A. SKOOG, Joulgas, JAMES HOLLER, F, A. NIEMAN, Timothy. *Principios de análisis instrumental*.  
Editorial McGraw Hill, 2001
4. Budevsky, O. *Fonaments de l'Anàlisi Química*  
Edicions Universitat de Barcelona, 1993.
5. Rios Losada, Carolina. *Desenvolupament de mètodes de preconcentració emprant membranes líquides suportades i extracció en fase sòlida per a la determinació de l'herbicida Glifosat i el seu metabòlit Ampa en aigües naturals*.  
Tesi Doctoral. Universitat de Girona ([www.tdcat.cesca.es](http://www.tdcat.cesca.es))
6. De La Fuente García-SOTO, M. *Diseño y desarrollo de un sistema de tratamiento para la eliminación de boro en vertidos industriales*.  
Tesi doctoral, Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales, Departamento de Ingeniería Química Industrial y Medio Ambiente. 2000.
7. Atkins, P.W. *Química general*.  
Edicions Ortega, Barcelona, 1991
8. Cotton F.A., Wilkinson G. *Química inorgánica avanzada*.  
Editorial Limusa. Grupo Noriega editores Méjico
9. HARRIS, C. D. *Análisis químico cuantitativo*.  
Editorial Iberoamerica. 1992
10. COULSON, J.M, RICHARDSON, J.R. *Ingeniería química II*.

- Editorial Reverté, 1988
11. GEANKOPLIS, C.J. *Procesos de transporte y operaciones unitarias*.  
Editorial Continental, 1982
12. GRAGER BROWN, G. *Operaciones básicas de la ingeniería química*.  
Editorial Marin S.A, 1955
13. HENLEY, E.J, SEADER, J.D. *Operaciones de separación por etapas de equilibrio en ingeniería química*.  
Editorial Reverté, 1988
14. M. Valcárcel, M. S. *Teoría y práctica de la extracción líquido-líquido*.  
Alhambra, 1984.
15. Jaksic, N. *The spectrophotometric determination of boron in tourmalines*.  
J. Sreb. Chem. Soc. 2005, 70 (2), p. 255-260
16. Bachelier, N; Verchere, N. *Formation of neutral complexes of boric acid with 1,3-diols in organic solvents and in aqueous solution*.  
Pergamon. Polyhedron, 1995, vol. 14, No. 13-14
17. Bachelier, N; Chappey, C; Langevin, D; Métayer, M; Verchère. *Facilitated transport of boric acid by 1,3-diols through supported liquid membranes*.  
Elsevier Science: Journal of Membrane Science. 1996, 119, p. 285-294.
18. APHA, AWWA, WPCF. *Métodos Normalizados*.  
Ediciones Díaz de Santos, 1992

## Anexo A: Resultados obtenidos de los ensayos experimentales

Tabla A.1. Resultados con el método analítico de absorción atómica y espectrofotometría molecular

MÉTODO DE ANÁLISIS			ABSORCIÓN ATÓMICA		AZOMETHINE	
Modificador de fase	Disolvente orgánico	Extractante	[boro] mg/L	% Extracción	[boro] mg/L	% Extracción
	Solvesso	TMPD	143,0	85,7	145,5	85,45
		BEPD	219,2	78,08	225,3	77,47
		EHD	214,4	78,56	211,7	78,83
		MPD	757,4	24,26	733,2	26,68
5 % Decanol	Solvesso	TMPD	69,6	93,04	61,6	93,84
		BEPD	181,1	81,89	179,8	82,02
		EHD	117,4	88,26	117,8	88,22
		MPD	382	61,8	369,3	63,07
10% Decanol	Solvesso	TMPD	56,2	94,38	54,6	94,54
		BEPD	182,3	81,77	196,9	80,31
		EHD	109,5	89,05	110,5	88,95
		MPD	310,3	68,97	238,6	76,14
10 % TBP	Solvesso	TMPD	202,9	79,71	197,7	80,23
		BEPD	415,9	58,41	373,7	62,63
		EHD	286,6	71,34	257,4	74,26
		MPD	626,4	37,4	427,1	57,29
10 % Decanol	Keroseno	TMPD	101,4	89,9	89,1	91,09
		BEPD	358,0	64,2	330,3	66,97
		EHD	217,3	78,3	203,7	79,63
		MPD	529,2	47,1	557,2	44,28

Tabla A.2. Elección del mejor extractante

Modificador de fase	Disolvente orgánico	Extractante	[B] Extracción (mg/L)	% E	pH E	[B] Stripping (mg/L)	% S
—	Solvesso	TMPD	145,5	85,5	4,59	806,7	94,4
		BEPD	225,3	77,5	5,53	685,0	88,4
		EHD	211,7	78,8	5,86	732,5	92,9
		MPD	733,2	26,7	4,25	250,1	93,7
5 % Decanol	Solvesso	TMPD	61,6	93,8	4,3	951,7	101,4
		BEPD	179,8	82,0	4,75	794,1	96,8
		EHD	117,8	88,2	5,08	891,0	101,0
		MPD	369,3	63,1	6,34	602,9	95,6
10% Decanol	Solvesso	TMPD	54,6	94,5	5,86	979,3	103,6
		BEPD	196,9	80,3	6,46	891,0	110,9
		EHD	110,5	88,9	6,75	897,6	100,9
		MPD	238,6	76,1	5,86	724,1	95,1
10 % TBP	Solvesso	TMPD	197,7	80,2	4,07	787,9	98,2
		BEPD	373,7	62,6	4,51	602,9	96,3
		EHD	257,5	74,3	4,67	709,6	95,6
		MPD	427,1	57,3	5,26	405,7	70,8
10 % Decanol	Queroseno	TMPD	89,1	91,1	4,27	924,4	101,5
		BEPD	330,3	67,0	5,56	643,6	96,1
		EHD	203,7	79,6	5,29	714,5	89,7
		MPD	557,3	44,3	5,56	6,3	1,4
10 % TBP	Queroseno	TMPD	366,3	63,4	3,9	611,2	96,5
		BEPD	574,4	42,6	4,38	441,2	103,7
		EHD	482,7	51,7	4,03	554,8	107,2
		MPD	642,1	35,8	4,33	274,7	76,8

Tabla A.3. Capacidad de reutilización del extractante

Modificador de fase	Disolvente orgánico	Extractante	Extracción	mg/L B	% E	Stripping	mg/L B	% S	pH
	Solvesso	TMPD	1	129,6	87,0	1	933,5	107,3	3,97
			2	787,4	21,3	2	269,9	126,9	5,61
			3	1006,6	0	3	33,7	509,2	5,78
			4	979,3	2,1	4	48,4	734,2	6,35
			5	954,2	4,6	5	-	-	5,63
		BEPD	1	213,4	78,7	1	806,0	102,5	4,3
			2	370,5	62,9	2	633,5	100,6	6,55
			3	593,8	40,6	3	430,6	106,0	6,34
			4	878,2	12,2	4	179,6	147,4	6,28
			5	896,9	10,3	5	-	-	5,9
		EHD	1	211,1	78,9	1	840,0	106,5	4,13
			2	878,2	12,2	2	151,4	124,3	5,72
			3	923,9	7,6	3	25,1	380,5	5,8
			4	934,9	6,5	4	39,6	60,8	6,07
			5	967,2	3,3	5	-	-	5,73
10 % Decanol	Solvesso	TMPD	1	58,9	94,1	1	898,0	95,4	4,64
			2	178,1	82,2	2	817,3	99,4	6,68
			3	500,0	50,0	3	509,5	101,9	6,78
			4	718,2	28,2	4	246,5	87,5	6,32
			5	853,52	14,65	5	-	-	6,47
		BEPD	1	188,27	81,17	1	794,75	97,9	4,77
			2	224,6	77,5	2	755,9	97,5	6,61
			3	262,5	73,7	3	712,4	96,6	6,66
			4	320,7	67,9	4	572,8	84,3	6,67
			5	444,5	55,55	5	-	-	6,14
		EHD	1	107,4	89,3	1	933,5	104,6	7,35
			2	273,7	72,6	2	750,4	103,3	6,45
			3	550,8	44,9	3	548,2	122,0	6,44
			4	973,7	2,6	4	258,1	982,4	6,45
			5	890,7	10,9	5	-	-	6,11



Tabla A.3. Capacidad de reutilización del extractante

Modificador de fase	Disolvente orgánico	Extractante	Extracción	mg/L B	% E	Stripping	mg/L B	% S	pH
10 % Decanol	Queroseno	TMPD	1	93,1	90,7	1	857,3	94,5	4,25
			2	324,6	67,5	2	685,7	101,5	6,54
			3	695,8	30,4	3	322,4	106,0	5,92
			4	872,0	12,8	4	154,9	121,0	5,99
			5	793,3	20,7	5	-	-	6,29
		BEPD	1	345,1	65,5	1	646,4	98,7	5,81
			2	390,8	60,9	2	571,5	93,8	6,55
			3	490,1	51,0	3	560,0	109,8	6,25
			4	537,0	46,3	4	489,4	105,7	6,17
			5	641,3	35,9	5	-	-	5,87
		EHD	1	205,8	79,4	1	778,0	98,0	4,75
			2	526,8	47,3	2	577,8	122,1	6,34
			3	811,2	18,9	3	186,8	98,9	6,12
			4	960,7	3,9	4	111,0	282,5	6,17
			5	993,4	0,66	5	-	-	6,28
20 % Decanol	Solvesso	TMPD	1	56,3	94,4	1	881,8	93,4	4,35
			2	129,2	87,1	2	806,7	92,6	6,74
			3	355,5	64,5	3	660,2	102,4	6,53
			4	581,8	41,8	4	369,3	88,3	6,48
			5	711,3	28,9	5	-	-	6,57
		BEPD	1	203,6	79,6	1	775,4	97,4	6,29
			2	219,5	78,1	2	785,7	100,7	6,54
			3	244,9	75,5	3	754,8	100,0	6,70
			4	294,7	70,5	4	684,6	97,1	6,86
			5	365,2	63,5	5	-	-	6,91
		EHD	1	165,7	83,4	1	854,7	102,4	5,81
			2	467,7	53,2	2	543,9	102,2	6,42
			3	639,1	36,1	3	369,3	102,3	6,41
			4	817,4	18,3	4	211,2	115,7	6,59
			5	878,3	12,2	5	-	-	6,04

Tabla A.3. Capacidad de reutilización del extractante

Modificador de fase	Disolvente orgánico	Extractante	Extracción	mg/L B	% E	Stripping	mg/L B	% S	pH
30 % Decanol	Solvesso	TMPD	1	71,6	92,8	1	914,9	98,6	4,76
			2	129,4	87,1	2	881,8	101,3	6,78
			3	217,0	78,3	3	843,9	107,8	6,67
			4	339,3	66,1	4	669,9	101,4	6,73
			5	540,8	45,9	5	-	-	6,10
		BEPD	1	275,9	72,4	1	744,6	102,8	6,37
			2	309,9	69,0	2	729,4	105,7	6,85
			3	343,3	65,7	3	699,4	106,5	6,70
			4	376,2	62,4	4	665,1	106,6	7,33
			5	464,8	53,5	5	-	-	6,60
		EHD	1	229,5	77,1	1	796,2	103,3	6,47
			2	822,5	17,7	2	177,1	274,2	5,49
			3	918,1	8,2	3	93,2	113,8	5,95
			4	923,9	7,6	4	83,0	280,5	6,50
			5	973,7	2,6	5	-	-	6,48

Tabla A.4. Variación de la concentración de extractante

Disolvente orgánico	Modificador de fase	[BEPD] mol/L	[B] <sub>E</sub> mg/L	% E
Queroseno	20 % decanol	0.05	748,4	25,2
		0.10	614,0	38,6
		0.15	529,4	47,1
		0.20	495,1	50,5
		0.25	408,7	59,1
		0.30	375,6	62,4
		0.40	322,1	67,8
		0.50	263,1	73,7

Tabla A.5. Influencia de la acidez

Extractante	Disolvente orgánico	Modificador de fase	pH inicial	pH equilibrio	[B] <sub>E</sub> mg/L	% E
BEPD	Queroseno	20 % decanol	0,53	0,52	369,4	63,1
			1,02	1,02	357,5	64,3
			1,93	1,94	365,5	63,4
			3,02	3,08	361,5	63,9
			4,94	5,38	352,1	64,8
			5,45	5,60	359,9	64,0
			5,21	5,30	353,0	64,7
			6,00	6,60	345,1	65,5
			6,99	7,47	348,5	65,2
			7,98	8,45	415,1	58,5
			8,97	9,22	603,1	39,7
			10,06	10,33	870,5	12,9

Tabla A.6. Reutilización del extractante BEPD

Modificador de fase	Disolvente orgánico	Extractante	Extracción	[B] <sub>E</sub> mg/L	% E	Stripping	[B] <sub>S</sub> mg/L	% S	pH
20 % decanol	queroseno	0,3 M BEPD	1	351,8	64,8	1	627,3	96,8	
			2	383,6	61,4	1	589,5	95,6	
			3	343,9	56,0	1	572,4	87,2	
			4	378,2	52,8	1	504,2	81,1	
			5	549,8	47,4	1	708,2	157,3	

Tabla A.7. Variación de la concentración de NaOH en el Stripping

Extractante	Disolvente orgánico	Modificador de fase	[B] <sub>E</sub> mg/L	% E	mg/L NaOH	[B] <sub>S</sub> mg/L	% S
0,265 M BEPD	Solvesso	20 % decanol	237,0	76,3	0,1	916	100
					0,2	778	100
					0,3	767	100
					0,4	765	100

Tabla A.8. Isotherma de extracción

Extractante	Disolvente orgánico	Modificador de fase	[B] <sub>iniciales</sub> mg/L	Fase Orgánica		Fase acuosa
				[B] <sub>S</sub> mg/L	pH	[B] <sub>E</sub> mg/L
BEPD	Queroseno	20 % decanol	500	140,6	5,85	351,7
			1000	330,4	5,28	611,7
			2000	732,9	5,37	1136,8
			3000	1390,8	4,88	1590,3
			4000	2197,5	4,66	1927,7
			6000	3671,9	4,02	2483,8
			8000	5392,5	3,75	2678,8

Tabla A.9. Resultados obtenidos al medir las muestras del ensayo de proceso de membranas

Disolvente orgánico	Modificador de fase	Extractante	Muestra	horas	[B] experimental mg/L	[B] corregida mg/L
Queroseno	20 % decanol	0,15 M BEPD	1	1,67	1,19	1,19
			2	3,30	1,86	1,97
			3	5,00	2,50	2,78
			4	6,62	2,97	3,47
			5	8,33	3,71	4,49
			6	9,70	4,04	5,15
			7	10,85	3,86	5,34
		0,30 M BEPD	1	1,20	1,19	1,06
			2	2,67	1,86	1,93
			3	4,18	2,50	2,78
			4	5,70	2,97	3,65
			5	7,18	3,71	4,47
			6	8,68	4,04	5,19
			7	10,18	3,86	5,89
		0,50 M BEPD	1	1,73	2,14	2,14
			2	3,02	2,86	3,00
			3	4,60	3,66	4,06
			4	6,32	4,25	4,99
			5	7,45	4,38	5,50
			6	9,37	4,73	6,24
			7	10,63	5,17	7,12

## Anexo B: Aspecto físico de las extracciones, strippings y lavados de los ensayos realizados

### 1.1. Elección del mejor extractante

#### Extractantes TMPD, BEPD, EHD y MPD disueltos en solvesso

##### Extracción

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b>	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla clara, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia, incolora	<b>F. aq.</b>	Transparente, turbia, con pequeñas burbujas de orgánico en las paredes
<b>BEPD</b>	<b>Sep.</b>	Más de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia
	<b>F. aq.</b>	Turbia, quedan burbujas de fase orgánica	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, un poco transparente, turbia
<b>EHD</b>	<b>Sep.</b>	Pocos segundos	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia	<b>F. org.</b>	Dos partes: arriba transparente, color amarillo mas intenso. Abajo más turbio
	<b>F. aq.</b>	Transparente, muy poco turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia
<b>MPD</b>	<b>Sep.</b>	Más de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, un poco transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Incolora, transparente, muy poco turbia

La separación con el extractante TMPD no es muy buena ya que quedan restos de orgánico en la fase acuosa en forma de burbujas.

La extracción con BEPD hace que la fase acuosa tenga coloración blanquinosa y sea turbia.

La separación con el extractante MPD i EHD aparentemente es el que se separa mejor ya que la fase acuosa es incolora, transparente y no presenta turbidez.

##### Stripping

ANEXOS

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
TMPD	Sep.	Menos de 1 minuto	Sep.	Menos de 1 minuto
	F. org.	Amarilla, turbia	F. org.	Amarilla, con burbujas y se ha hecho una capa de espuma arriba
	F. aq.	Blanca amarillenta, turbia	F. aq.	Blanca, muy turbia
BEPD	Sep.	Más de 1 minuto	Sep.	Menos de 1 minuto
	F. org.	Amarilla, turbia	F. org.	Amarilla blanquinosa, turbia
	F. aq.	Blanca, turbia	F. aq.	blanquinosa, turbia
EHD	Sep.	Pocos segundos	Sep.	Menos de 1 minuto
	F. org.	Amarilla blanquinosa, turbia	F. org.	Amarilla más intensa, menos turbia
	F. aq.	Transparente, muy poco turbia	F. aq.	Amarilla, transparente
MPD	Sep.	Más de 1 minuto	Sep.	Menos de 1 minuto
	F. org.	Amarilla, turbia	F. org.	Amarilla (ha perdido 3 gotas de orgánico)
	F. aq.	Transparente, no turbia	F. aq.	Amarilla, transparente, muy poco turbia

En el stripping con el extractante TMPD y el BEPD la fase acuosa queda de do color blanca y bastante turbia.

Las fases acuosas del MPD y EHD dejan una coloración amarillenta, muy poco turbia y transparente.

**Extractantes TMPD, BEPD, EHD y MPD con 10 % en volumen de decanol y solvesso.**Extracción

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b> + 10 % Decanol	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia
<b>BEPD</b> + 10 % Decanol	<b>Sep.</b>	Más de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, muy poco turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia
<b>EHD</b> + 10 % Decanol	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia
<b>MPD</b> + 10 % Decanol	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, no transparente, turbia

Aparentemente la extracción con los extractantes TMPD, BEPD y EHD es buena ya que se separan rápidamente y la fase acuosa es incolora y tiene muy poca turbidez.

En cambio con el extractante MPD la fase acuosa es blanquinosa y muy turbia.

Stripping



	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b> + 10 % Decanol	<b>Sep.</b>	Más de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, un poco transparente, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanca, poco transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente , un poco turbia
<b>BEPD</b> + 10 % Decanol	<b>Sep.</b>	Más de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanca, poco transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente , muy poco turbia
<b>EHD</b> + 10 % Decanol	<b>Sep.</b>	Más de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, un poco transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanca, poco transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Blanca, poco transparente, turbia
<b>MPD</b> + 10 % Decanol	<b>Sep.</b>	Pocos segundos	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla , un poco transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanca, poco transparente, un poco turbia	<b>F. aq.</b>	Más blanca, turbia, no transparente.

Los extractantes TMPD y BEPD se separan bastante bien, en cambio las fases acuosas de los extractantes EHD Y MPD tienen una coloración blanquinosa y turbia.

Lavado

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b> + 10 % Decanol	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 2 minutos	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla clara, un poco transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, un poco transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia
<b>BEPD</b> + 10 % Decanol	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanca, no transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia
<b>EHD</b> + 10 % Decanol	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, un poco transparente
	<b>F. aq.</b>	Blanca, no transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia
<b>MPD</b> + 10 % Decanol	<b>Sep.</b>	Medio minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, un poco transparente
	<b>F. aq.</b>	Muy blanca, no transparente, muy turbia	<b>F. aq.</b>	Blanca, no transparente, muy turbia

En el lavado son muy parecidos a las extracciones, los que mejor se separan son el EHD, TMPD y BEPD.

**Extractantes TMPD, BEPD, EHD y MPD con 5 % en volumen de decanol y como disolvente el Solvesso**

Extracción

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b> + 5 % Decanol	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, un poco transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Blanca, no transparente, turbia
<b>BEPD</b> + 5 % Decanol	<b>Sep.</b>	Más de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, muy poco turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia
<b>EHD</b> + 5 % Decanol	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, un poco transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, muy poco turbia
<b>MPD</b> + 5 % Decanol	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa más clara, poco turbia,	<b>F. org.</b>	Amarilla, transparente, muy poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia

La fase acuosa del TMPD es la única que se separa peor ya que es turbia y de color blanca.

### Stripping

ANEXOS

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b> + 5 % Decanol	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Anaranjada, un poco transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Anaranjada, transparente, un poco turbia
<b>BEPD</b> + 5 % Decanol	<b>Sep.</b>	Pocos segundos	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanca, no transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Anaranjada, no transparente, turbia
<b>EHD</b> + 5 % Decanol	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanca mas clara, no transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Anaranjada, turbia
<b>MPD</b> + 5 % Decanol	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa mas clara, un poco turbia, un poco transparente	<b>F. org.</b>	Amarilla , un poco transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Anaranjada, transparente, un poco turbia	<b>F. aq.</b>	Anaranjada, transparente, un poco turbia

En los Stripping todas las fases acuosas presentan una coloración anaranjada y la única que presenta mucha turbidez es la del extractante EHD.

Lavado

ANEXOS

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b> + 5 % Decanol	Sep.	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	F. org.	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia
	F. aq.	transparente, muy poco turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, muy poco turbia
<b>BEPD</b> + 5 % Decanol	Sep.	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	F. org.	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia
	F. aq.	Muy blanca, no transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia
<b>EHD</b> + 5 % Decanol	Sep.	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	F. org.	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia
	F. aq.	Transparente, un poco turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia
<b>MPD</b> + 5 % Decanol	Sep.	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	F. org.	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, un poco transparente
	F. aq.	Blanca, no transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia

En los lavados la separación física es bastante buena en todos.

**Extractantes TMPD, BEPD, EHD y MPD con 10 % en volumen de TBP y solvesso**

Extracción

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia
<b>BEPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, muy poco turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia
<b>EHD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Más de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia
<b>MPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Más de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Blanca, turbia

En la extracción el extractante que peor se separa es el MPD ya que la fase acuosa es de color muy blanca y turbia. El resto se separa bastante bien.

### Stripping

ANEXOS

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Menos de un minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, muy turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanca, no transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, un poco turbia
<b>BEPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanca anaranjada, no transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Anaranjada, transparente, turbia
<b>EHD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, turbia
	<b>F. aq.</b>	Anaranjada, transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Anaranjada, transparente, un poco turbia
<b>MPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla, con burbujas, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, turbia, no transparente.

Los strippings hechos con EHD y BEPD tienen una coloración anaranjada, el de TMPD no tiene coloración y parece k se separa bastante bien. En cambio el de MPD tiene una coloración blanquinosa y turbia.

Lavado

ANEXOS

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, no transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia
<b>BEPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanca, no transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia
<b>EHD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia	<b>F. aq.</b>	Poco transparente, turbia
<b>MPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Amarilla blanquinosa, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanca, no transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Blanca, no transparente, turbia

En el lavado los que se separan peor son los extractantes con MPD y EHD.

**Extractantes TMPD, BEPD, EHD y MPD con 10 % en volumen de decanol y como disolvente el queroseno**



Extracción

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b> + 10 % Decanol + Queroseno	<b>Sep.</b>	Pocos segundos	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Transparente, incolora, muy poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, no turbia
<b>BEPD</b> + 10 % Decanol + Queroseno	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Transparente, incolora, muy poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, no turbia
<b>EHD</b> + 10 % Decanol + Queroseno	<b>Sep.</b>	Pocos segundos	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Transparente, incolora, muy poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, no turbia
<b>MPD</b> + 10 % Decanol + Queroseno	<b>Sep.</b>	Pocos segundos	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Transparente, incolora, muy poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, no turbia

Stripping

ANEXOS

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b> + 10 % Decanol + Queroseno	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, un poco transparente, turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, un poco turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, muy poco turbia
<b>BEPD</b> + 10 % Decanol + Queroseno	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, poco transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, muy poco turbia
<b>EHD</b> + 10 % Decanol + Queroseno	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, un poco transparente, turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, un poco turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, muy poco turbia
<b>MPD</b> + 10 % Decanol + Queroseno	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Transparente, incolora, muy poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, muy poco turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, muy poco turbia

Lavado

ANEXOS

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
TMPD + 10 % Decanol + Queroseno	<b>Sep.</b>	Pocos segundos	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Incolora, transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, muy poco turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, turbia
BEPD + 10 % Decanol + Queroseno	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Un poco transparente, turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia
EHD + 10 % Decanol + Queroseno	<b>Sep.</b>	Pocos segundos	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, un poco turbia	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, poco transparente, turbia
MPD + 10 % Decanol + Queroseno	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, un poco turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia

**Extractantes TMPD, BEPD, EHD y MPD con 10 % en volumen de TBP y Queroseno**

Extracción

ANEXOS

	AGITACIÓ MANUAL		AGITACIÓ MECÀNICA	
<b>TMPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Pocos segundos	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Transparente, incolora, no turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, no turbia
<b>BEPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Transparente, incolora, no turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, no turbia
<b>EHD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Pocos segundos	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Transparente, incolora, muy poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, un poco turbia
<b>MPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Pocos segundos	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, turbia	<b>F. org.</b>	Transparente, incolora, no turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, blanca, no turbia

El MPD es el único que se separa peor, el resto se separa rápido y bien físicamente.

Stripping

	AGITACIÓ MANUAL	AGITACIÓ MECÀNICA
--	-----------------	-------------------

ANEXOS

<b>TMPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, un poco transparente, turbia	<b>F. org.</b>	Transparente, incolora, no turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, no turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, no turbia
<b>BEPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, no transparente, turbia	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, un poco transparente, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, poco transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, no turbia
<b>EHD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, no transparente, turbia	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, un poco transparente, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, poco transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, no turbia
<b>MPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1minuto
	<b>F. org.</b>	Incolora, transparente, un poco turbia	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, un poco transparente, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, un poco transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, no transparente, turbia

Lavado

	<b>AGITACIÓ MANUAL</b>	<b>AGITACIÓ MECÀNICA</b>
--	------------------------	--------------------------

ANEXOS

<b>TMPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, transparente, turbia	<b>F. org.</b>	Incolora, transparente, muy poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, un poco turbia	<b>F. aq.</b>	Incolora, transparente, no turbia
<b>BEPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, no transparente, turbia	<b>F. org.</b>	Incolora, transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, no turbia
<b>EHD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, no transparente, turbia	<b>F. org.</b>	Incolora, un poco transparente, un poco turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, un poco transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Transparente, incolora, no turbia
<b>MPD</b> + 10 % TBP	<b>Sep.</b>	Aproximadamente 1 minuto	<b>Sep.</b>	Menos de 1 minuto
	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, no transparente, turbia	<b>F. org.</b>	Blanquinosa, no transparente, turbia
	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, un poco transparente, turbia	<b>F. aq.</b>	Blanquinosa, no transparente, turbia

## Anexo C: Cálculos

### C.1. Determinación de la cantidad de muestra que hay que coger para analizar mediante el método de espectrofotometría molecular

En primer lugar se miden los strippings, que como suelen tener una concentración muy alta, primero se hace una dilución 1:5 y se pipetea 100  $\mu\text{L}$  de esta dilución en un matraz de 25 mL.

Si su concentración fuese la máxima (1000 mg/L boro) en el matraz habría como mucho 20  $\mu\text{g}$  de boro en 25 mL y entra dentro del rango en que podemos medir.

$$100 \mu\text{L muestra} \cdot \frac{1000 \text{ mg boro}}{1000 \text{ mL muestra}} \cdot \frac{1 \text{ ml}}{5 \text{ ml dilucion}} \cdot \frac{1 \text{ L}}{10^6 \mu\text{L}} \cdot \frac{1000 \mu\text{g}}{1 \text{ mg}} = 20 \mu\text{g boro}$$

Para medir las muestras de las extracciones se tiene como referencia los strippings, ya que la diferencia entre concentración inicial y la concentración de los stripping es la concentración de boro en la fase acuosa después de la extracción:

$$[B]_{\text{Extracción}} = [B]_{\text{inicial}} - [B]_{\text{stripping}}$$

Los cálculos que hay que hacer para saber que volumen hay que coger son:

$$\frac{20 \mu\text{g boro}}{[B]_{\text{Extracción}} \left( \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right)} \cdot \frac{1 \text{ mg}}{1000 \mu\text{g}} \cdot \frac{10^6 \mu\text{L}}{1 \text{ L}} = \text{Volumen de muestra a coger } (\mu\text{L})$$

Si da un volumen muy elevado primero se diluye la muestra (1:2, 1:3, 1:4, 1:5) según convenga y se realizan los mismos cálculos teniendo en cuenta la dilución.

## C.2. Cálculos de para hallar la constante de extracción en el modelo matemático

### Determinación de la estequiometría de la reacción

Si  $n=1$

**Tabla C.1. Resultado de los cálculos numéricos realizados para determinar si la estequiometría de la reacción es 1 a 1**

$[\text{BEPD}]_{\text{inic}}$ (mol/L)	$[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{inic}}$ (mol/L)	$[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{org}}$ (mol/L)	$[\text{BEPD}]_{\text{libre}}$ (mol/L)	$\ln [\text{BEPD}]_{\text{libre}}$	$[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{acuoso}}$ (mol/L)	D	$\ln D$
0,05	0,09	0,023	0,027	-3,622	0,069	0,336	-1,090
0,10	0,09	0,036	0,064	-2,744	0,057	0,629	-0,464
0,15	0,09	0,044	0,106	-2,240	0,049	0,889	-0,118
0,20	0,09	0,047	0,153	-1,875	0,046	1,020	0,019
0,25	0,09	0,055	0,195	-1,633	0,038	1,447	0,369
0,30	0,09	0,058	0,242	-1,418	0,035	1,662	0,508
0,40	0,09	0,063	0,337	-1,087	0,030	2,104	0,744
0,50	0,09	0,068	0,432	-0,840	0,024	2,801	1,030

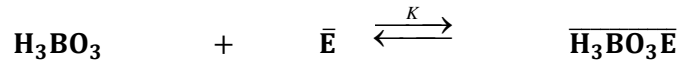
Si  $n=2$

**Tabla C.2. Resultados de los cálculos numéricos realizados para determinar si la estequiometría de la reacción es 1 a 2**

$[\text{BEPD}]_{\text{inic}}$ (mol/L)	$[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{inic}}$	$[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{org}}$ (mol/L)	$[\text{BEPD}]_{\text{libre}}$ (mol/L)	$\ln [\text{BEPD}]_{\text{libre}}$	$[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{acuoso}}$ (mol/L)	D	$\ln D$
0,05	0,09	0,023	0,038	-3,261	0,069	0,168	-1,783
0,10	0,09	0,036	0,064	-2,744	0,057	0,314	-1,157
0,15	0,09	0,044	0,106	-2,240	0,049	0,445	-0,811
0,20	0,09	0,047	0,153	-1,875	0,046	0,510	-0,674
0,25	0,09	0,055	0,195	-1,633	0,038	0,723	-0,324
0,30	0,09	0,058	0,242	-1,418	0,035	0,831	-0,185
0,40	0,09	0,063	0,337	-1,087	0,030	1,052	0,051
0,50	0,09	0,068	0,432	-0,840	0,024	1,400	0,337



**Cálculos para determinar la constante de extracción,  $K_e$**



Inicial:  $[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{inicial}}$   $[\overline{\text{BEPD}}]_{\text{inicial}}$  -

Equilibrio:  $[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{inicial}} - [\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}]$   $[\overline{\text{BEPD}}]_{\text{inicial}} - [\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}]$   $[\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}]$

Donde:

$$[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{acuoso}} = [\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{inicial}} - [\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}]$$

$$[\overline{\text{BEPD}}]_{\text{libre}} = [\overline{\text{BEPD}}]_{\text{inicial}} - [\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}]$$

Si se sustituye en la ecuación de la constante de extracción:

$$K_e = \frac{[\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}]}{[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{acuoso}} \cdot [\overline{\text{BEPD}}]_{\text{libre}}}$$

$$K_e = \frac{[\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}]}{([\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{inicial}} - [\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}]) \cdot ([\overline{\text{BEPD}}]_{\text{inicial}} - [\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}])}$$

Donde la única incógnita es  $[\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}]$ , desarrollando la ecuación:

$$K_e \cdot [\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{inicial}} \cdot [\overline{\text{BEPD}}]_{\text{inicial}} - (K_e \cdot [\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{inicial}} + K_e \cdot [\overline{\text{BEPD}}]_{\text{inicial}} + 1)[\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}] + K_e \cdot [\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}]^2 = 0$$

Se obtiene una ecuación de segundo grado que se introducirá en el excell para realizar los cálculos de una manera más rápida.

**Tabla C.3 Resultados obtenidos teóricamente utilizando  $K_e = 4,79$**

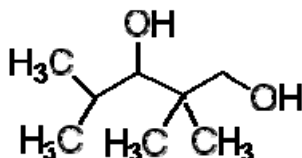
$[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{inicial}}$	$[\text{E}]_{\text{inicial}}$	$[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{orgánico}}$	$[\text{H}_3\text{BO}_3]_{\text{acuoso}}$	$[\text{E}]$	$[\overline{\text{H}_3\text{BO}_3\text{E}}]$	%E teorico	%E expe
0,093	0,050	0,014	0,079	0,036	0,014	14,8	25,2
0,093	0,100	0,025	0,068	0,075	0,025	26,5	38,6
0,093	0,150	0,033	0,059	0,117	0,033	35,9	47,1
0,093	0,200	0,040	0,052	0,160	0,040	43,4	50,5
0,093	0,250	0,046	0,047	0,204	0,046	49,5	59,1
0,093	0,300	0,050	0,042	0,250	0,050	54,5	62,4
0,093	0,400	0,057	0,035	0,343	0,057	62,1	67,8
0,093	0,500	0,063	0,030	0,437	0,063	67,7	73,7

Tabla C.4 Resultados obtenidos teóricamente utilizando  $K_e = 6.90$ 

[H3BO3]inicial	[E]inicial	[H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> ] orgánico	[H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> ] acuoso	[E]	[H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> E]	%E teorico	%E expe
0,093	0,050	0,017	0,075	0,033	0,017	18,5	25,2
0,093	0,100	0,030	0,062	0,070	0,030	32,5	38,6
0,093	0,150	0,040	0,053	0,110	0,040	43,2	47,1
0,093	0,200	0,047	0,045	0,153	0,047	51,3	50,5
0,093	0,250	0,053	0,039	0,197	0,053	57,6	59,1
0,093	0,300	0,058	0,035	0,242	0,058	62,6	62,4
0,093	0,400	0,065	0,028	0,335	0,065	69,8	67,8
0,093	0,500	0,069	0,023	0,431	0,069	74,8	73,7

## Anexo D: Especificación de algunos de los reactivos utilizados

### 2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandiol 97% (sólido)

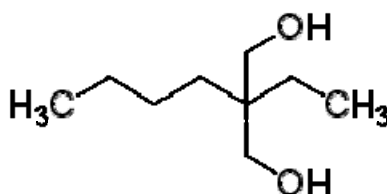


Molecular Formula:  $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}(\text{OH})\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{OH}$

Molecular Weight: (g/mol) = 146.23

<u>Descriptions</u>	<u>Properties</u>	<u>Safety</u>
Packaging: 1 kg in glass btl 5, 250 g in glass btl	Assay: 97% bp: 232 °C(lit.) mp: 50-53 °C(lit.) Fp: >230 °F	Hazard Codes: <a href="#">Xi</a> Risk Statements: <a href="#">36/37/38</a> Safety Statements: <a href="#">26-37/39</a>

### 2-Butyl-2-ethyl-1,3-propanediol 99% (sólido)



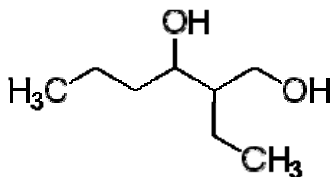
Molecular Formula:  $\text{HOCH}_2\text{C}[(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3](\text{C}_2\text{H}_5)\text{CH}_2\text{OH}$

Molecular Weight: (g/mol) = 160.25

<u>Descriptions</u>	<u>Properties</u>	<u>Safety</u>
Packaging: 10, 100, 500 g in glass btl	Assay: 99 % bp: 178 °C50 mmHg(lit.) mp: 41-44 °C(lit.) Fp. >230 °F	Hazard Codes: <a href="#">Xi</a> Risk Statements: <a href="#">36/37/38</a> Safety Statements: <a href="#">26-37/39</a>

**2-Ethyl-1,3-hexanediol**

purum, mixture of diastereoisomers,  $\geq 98.0\%$  (GC)

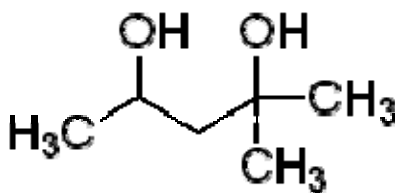


Synonym: Ethylhexylene glycol

Molecular Formula:  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{CH}_2\text{OH}$

Molecular Weight: (g/mol): 146.23

Properties	Safety
vapor density: 5 (vs air)	Hazard Codes <a href="#">Xi</a>
grade: purum	Risk Statements <a href="#">41</a>
assay: $\geq 98.0\%$ (GC)	Safety Statements <a href="#">25-26-39-46</a>
refractive index: $n_{20/D}$ 1.451(lit.)	
$n_{20/D}$ 1.451	
bp: 241-249 °C(lit.)	
mp: -40 °C(lit.)	
density: 0.933 g/mL at 25 °C(lit.)	

**Hexylene glycol 99% (líquido)**

Synonym ( $\pm$ )-2-Methyl-2,4-pentanediolMPD

Molecular Formula  $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{OH}$

Molecular Weight: 8g/mol) = 118.17

<u>Descriptions</u>	<u>Properties</u>	<u>Safety</u>
Packaging      18 kg in steel drum 25, 500 g in poly btl 3 kg in poly btl	vapor density 4.1 (vs air) vapor pressure 0.02 mmHg ( 20 °C) assay 99% expl. lim. 7.4 % refractive index $n_{20/D}$ 1.427(lit.) bp 197 °C(lit.) mp -40 °C(lit.) Fp 201 °F density 0.925 g/mL at 25 °C(lit.)	Hazard Codes: <b>Xi</b> Risk Statements <b>36/38</b> Safety Statements <b>26-36</b>

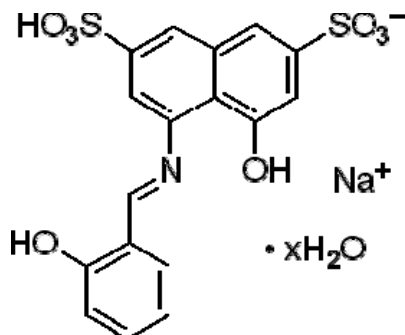
**Kerosene purum**

<u>Properties</u>	<u>Safety</u>
vapor density: 4.5 (vs air) vapor pressure: 0.23 mmHg ( 20 °C) grade: purum autoignition temp.: 442 °F expl. lim.: 5 % refractive index: $n_{20/D}$ 1.436 bp:      175-325 °C(lit.) 190-250 °C Density: 0.8 g/mL at 25 °C(lit.)	Hazard Codes: <b>Xn</b> Risk Statements: <b>65</b> Safety Statements: <b>23-24-62</b> UEL: 6.10% LEL: 0.60% Flash Point(F): 179 °F Flash Point(C): 82 °C

**1-Decanol purum, ≥95.0% (GC)**  
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{CH}_2\text{OH}$ 

Synonym: *n*-Decyl alcohol  
 Molecular Formula:  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_9\text{OH}$   
 Molecular Weight: 158.28

<u>Properties</u>	<u>Safety</u>
vapor density: 4.5 (vs air) vapor pressure: 1 mmHg ( 70 °C) 8.25 mmHg ( 100 °C) Grade: purum assay ≥95.0% (GC) autoignition temp.: 550 °F refractive index: $n_{20/D}$ 1.437(lit.) $n_{20/D}$ 1.437 bp: 231 °C(lit.) mp: 5-7 °C(lit.) density: 0.829 g/mL at 25 °C(lit.)	Hazard Codes: <b>Xn,N</b> Risk Statements: <b>20-36/37/38-51/53</b> Safety Statements: <b>26-60</b> Flash Point(F): 180 °F Flash Point(C): 82 °C

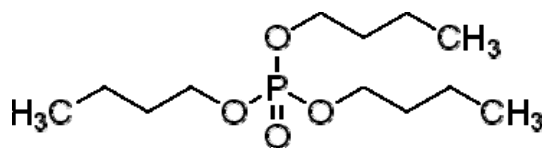
**Azomethine-H monosodium salt hydrate**

Synonym: 4-Hydroxy-5-(2-hydroxybenzylideneamino)-naphthalene-2,7-disulfonic acid monosodium salt hydrate  
4-Hydroxy-5-(salicylideneamino)-2,7-naphthalenedisulfonic acid monosodium salt

Molecular Formula:  $C_{17}H_{12}NNaO_8S_2 \cdot xH_2O$

Molecular Weight: 445.40 (anhydrous basis)

<u>Descriptions</u>	<u>Properties</u>	<u>Safety</u>
Application: useful as reagent for the determination of boron	Grade: p.a. References Reference G.D. Schucker et al. <i>Anal. Chim. Acta</i> <b>75</b> , 95, (1975) R.A. Edwards <i>Analyst</i> <b>105</b> , 139, (1980)	Hazard Codes: <b>Xi</b> Risk Statements: <b>36/37/38</b> Safety Statements: <b>26-36</b>

**Tributyl phosphate 97%**

Molecular Formula:  $(CH_3(CH_2)_3O)_3PO$

Molecular Weight: 266.31

<p><b>Descriptions</b>                  Application: Extractant for metal complexes.<sup>1</sup>                  Packaging: 1, 4 L in glass btl</p>	<p><b>Properties</b>                  vapor density: 9.2 (vs air)                  vapor pressure: 27 mmHg (178 °C)                  7.3 mmHg (150°C)                  Assay: 97%                  autoignition temp.: 770 °F                  refractive index: n<sub>20/D</sub> 1.424(lit.)                  bp: 180-183 °C/22 mmHg(lit.)                  mp: -79 °C(lit.)                  density: 0.979 g/mL at 25 °C(lit.)</p>	<p><b>Safety</b>                  Hazard Codes: Xn                  Risk Statements: 22-38-40                  Safety Statements: 36/37-46                  Flash Point(F): 293 °F                  Flash Point©: 145 °C</p>
--	---	--

**Membrana líquida soportada plana**

General Specifications (return to top)  
 Color: white  
 Surface: plain  
 Thickness: 125 µm  
 Sterilization: by autoclave (121 °C at 1 bar), EO or gamma  
 Operating temperature: 85 °C max.  
 Bacterial endotoxins: 0.5 EU/mL  
 Gravimetric extractables: < 0.5%  
 Porosity: 75

Detailed Specifications								
Applications	Filter Code*	Pore Size (µm)	Wettability	Bubble Point (bar)	Water Flow Rate (mL/min/cm <sup>2</sup> )	Air Flow Rate (L/min/cm <sup>2</sup> )	Protein Binding (µg/cm <sup>2</sup> )	
Mycoplasma reduction in biological solutions	VVLP	0.1	Hydrophilic	≥4.8 bar, air with water	2.5	0.15	4	
Sterilizing filtration of biological solutions	GVWP	0.22	Hydrophilic	≥3.45 bar, air with water	6.7	2	4	
Clarifying filtration of biological solutions	HVLP	0.45	Hydrophilic	≥1.55 bar, air with water	29	4	4	
	DVPP	0.65	Hydrophilic	≥1.10 bar, air with water	69	9	4	
Clarifying filtration of biological solutions; particle monitoring	SVLP	5	Hydrophilic	≥0.2 bar, air with water	288	32	4	
Air sterilization, gas sterilization	VVHP	0.1	Hydrophobic	≥4.8 bar, air with water		3	150	
Air sterilization, gas sterilization, solvent filtration	GVHP	0.22	Hydrophobic	≥1.24 bar, air with water	15	16	150	
<b>Air clarification, gas filtration, solvent filtration</b>	<b>HVHP</b>	<b>0.45</b>	<b>Hydrophobic</b>	<b>≥0.56 bar, air with water</b>	<b>35</b>	<b>20</b>	<b>150</b>	

*\*Corresponds to first 4 digits of catalogue number*