

5
2ej.



Universidad Nacional Autónoma de México

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN

**"CONTRIBUCION AL ESTUDIO DEL SISTEMA DE
EXTRACCION DE COBALTO II CON
TRIOCTIL FOSFATO (TOP)"**

T E S I S

Que para obtener el Título de
Q U I M I C O

p r e s e n t a

SONIA RINCON ARCE



V N A M

Director: M. C. ARNULFO G. ROMERO.USCANGA

Cuautitlán Izcalli, Edo. de Méx.

1986



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

I N D I C E

CAPITULO I INTRODUCCION

- 1.1 Presentación
- 1.2 Objetivos
- 1.3 El cobalto
- 1.4 El fosfato de trioctilo (TOP)
 - 1.4.1 Generalidades
 - 1.4.2 Propiedades químicas
 - 1.4.3 Estereoquímica
 - 1.4.4 Usos

...9

CAPITULO II FUNDAMENTOS TEORICOS

- 2.1 Extracción líquido-líquido por disolventes
 - 2.1.1 Separación de metales por extracción
 - 2.1.2 Principio de la extracción
 - 2.1.3 Sistemas de extracción
 - 2.1.4 Factores de que depende el coeficiente de reparto.
- 2.2 Espectrofotometría de absorción atómica

...16

CAPITULO III DESARROLLO EXPERIMENTAL

- 3.1 Determinación del rendimiento de extracción en función de pH y estudio de la extracción de cobalto II a partir de CoCl_2

3.2 Estudio de la extracción de cobalto II a -- partir de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ y de CoSO_4	
3.3 Trazo de las curvas $\%R=f([\text{TOP}])$ de cobalto 10 ppm a pH de equilibrio tamponado	
3.4 Valoración del fosfato de trioctilo (TOP)	...82

CAPITULO IV CONCLUSIONES	...85
--------------------------	-------

BIBLIOGRAFIA	...87
--------------	-------

C A P I T U L O I

I N T R O D U C C I O N

1.1 PRESENTACION .

México es un país con grandes recursos minerales; en sus yacimientos - existe una gran cantidad de metales de importancia económica por su aplicación industrial.

De los principales metales extraíbles se encuentran la plata, el oro, - el fierro, el níquel y el cobre cuya explotación juega un papel importante en la economía del país. Existen también otros metales cuyo uso a diferentes niveles no ha sido debidamente aprovechado como es el caso del cobalto. Este recurso natural se encuentra en cantidades apreciables para permitir su extracción y explotación en forma adecuada y racional. A nivel - de mercado internacional, este metal tiene una gran demanda debido a su uso en importantes aplicaciones; en la actualidad en nuestro país su explotación se limita a la extracción y venta al extranjero en combinación con otros minerales (cobre, fierro, níquel) considerándose éste como impureza, en virtud de no contar con la capacidad de recuperarlo y purificarlo, por lo que posteriormente se importa como cobalto metálico, significando ésto una fuga de divisas innecesarias.

Para la extracción y separación de cobalto se conocen varios métodos(1) tales como:

a) FLOTACION. Es la concentración por gravedad del metal con compuestos químicos.

b) METODOS PIROMETALURGICOS. Se emplean óxidos minerales y óxidos no mi

nerales para reducirlos a metal o a aleaciones conteniendo cobalto; se utilizan también para refinar el cobalto metálico obtenido por diferentes métodos.

c) METODOS HIDROMETALURGICOS. Se aplican al mismo tipo de óxidos (minerales y no minerales) para lixiviarlos, precipitarlos y separarlos, para reducirlos a metal. También se emplean en la purificación de materiales antes de la electrólisis.

d) METODOS ELECTROMETALURGICOS. Se utilizan en el electrodeposito de cobalto metálico y en el electrorrefinado del metal producido por los procesos pirometalúrgicos o hidrometalúrgicos.

Los tres métodos anteriores encuentran su aplicación en la extracción de cobalto de los concentrados, y en algunas ocasiones, directamente del mineral.

e) EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO. Es la extracción del metal en fase acuosa por medio de un compuesto químico en fase orgánica.

De los métodos mencionados, uno de los más importantes debido a la relativa facilidad de recuperación, es la extracción líquido-líquido con compuestos orgánicos, como es el caso de los ésteres de fosfato de trialquilo (fosfato de tributilo y fosfato de trioctilo), sin embargo este método presenta algunos problemas de interferencia que afectan la extracción.

Estudios recientes basados en el método anterior han demostrado que compuestos como el fosfato de trioctilo (TOP) en hexano (2) dan resultados satisfactorios pero perfectibles en la obtención de dicho elemento.

Las conclusiones de dicho estudio plantean que el TOP sí extrae al co--

balto cuantitativamente bajo ciertas condiciones de pH y concentración de TOP y recomiendan además, realizar un estudio más profundo del sistema de extracción. Este estudio constaría principalmente de:

- El trazo de curvas %R vs pH cambiando al anión que acompaña al cobalto en solución acuosa.
- El trazo de curvas %R vs pH fijando [TOP] y [Co].
- Considerar una posible degradación del TOP en sus fosfatos.

A partir de estas conclusiones surge la inquietud de realizar una investigación más completa sobre el sistema de extracción de cobalto II con TOP, y por ello el presente trabajo de tesis se avocará a un estudio que pretenda de los siguientes objetivos:

1.2 OBJETIVOS .

- a) Continuar el estudio para la extracción de cobalto II en forma completa y cuantitativa a partir de los últimos estudios realizados.
- b) Determinar los factores que afectan y en que grado a la extracción.
- c) Establecer las condiciones para favorecer la extracción y obtener un mayor rendimiento del metal extraído.
- d) Estudiar y comprobar si es posible la degradación del TOP en sus fosfatos (DOP y MOP).
- e) Contribuir con este estudio para implantar los mecanismos necesarios que coadyuven a una explotación y aprovechamiento integral de este recurso natural ya que actualmente perjudica la economía nacional por falta de la tecnología adecuada para su aprovechamiento.

1.3 EL COBALTO .

En este trabajo se citarán sólo las características más generales sobre el cobalto debido a que en trabajos precedentes ya se ha hablado mucho acerca del mismo.

El cobalto es un metal de transición que se empezó a utilizar por los años de 1540 a 1556 pero que fué aislado por Brandt hasta el año de 1735 - (3). Es un metal duro, magnético que existe en la naturaleza asociado con otros metales (como níquel y cobre) o combinado con arsénico o azufre en forma de mineral.

Sus propiedades químicas son: Número atómico = 27 ; Peso atómico = 58.94 g/mol ; Números de valencia más usuales = 2+ y 3+.

Sus propiedades físicas son: Pto. de fusión = 1495°C ; Pto. de ebullición = 2900°C ; Densidad = 8.9 g/ml ; Calor específico = 0.099 (20°C)

1.3.1 Usos del cobalto.

La importancia del cobalto radica en la gran variedad de usos que tiene este metal; algunos de los más importantes se centraron en sus óxidos y sus sales.

- El principal uso de este metal es en la industria metalúrgica, en materiales resistentes al calor y a la corrosión, en la producción de aleaciones de alto poder, en la fabricación de magnetos permanentes.

- Se utiliza también en la fabricación de algunas herramientas tales como: maquinas de corte, troqueles y aceros de alta velocidad.

- Gran parte del cobalto se utiliza en la fabricación de motores para jet debido a su alta resistencia a la temperatura.

- Una pequeña cantidad se usa en la manufactura de cerámica y vidrio.
- Sus sales y óxidos se emplean en pinturas, colorantes, pigmentos, tintes y secadores (4).
- Como compuesto químico se utiliza como catalizador en hidrogenación: - en la hidratación-desulfuración y como fertilizante de suelos.
- Otra aplicación de cobalto, en cantidad limitada, está en la industria farmacéutica.

1.4 EL FOSFATO DE TRIOCTILO (TOP) .

1.4.1 Generalidades.

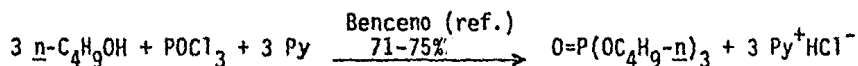
Aunque en la literatura se describen muchos compuestos orgánicos de fósforo, sólo una pequeña proporción ha conseguido hasta ahora importancia industrial y en su mayor parte ésta es de época reciente.

Los compuestos orgánicos de fósforo más importantes son los ésteres, varios fosfatos y tiofosfatos y unos cuantos fosfitos.

Los compuestos orgánicos de fósforo se fabrican en proceso intermitente y en escala pequeña en comparación con los fosfatos inorgánicos. Se preparan por adición lenta de oxiclورو de fósforo al alcohol correspondiente en recipiente cerrado y con buena agitación. En general los alcoholes son más reactivos que los fenoles y por ello la reacción con alcohol se efectúa a temperatura más baja (5).

Otro método de preparación de los fosfato-ésteres es por medio del oxiclورو de fósforo que es el reactivo común para la preparación de fosfatos trialkílicos simétricos, como el fosfato de tri-n-butilo. Después de reflujar durante 2 horas y enfriar se adiciona agua para disolver el cloru

ro de piridonio (6).

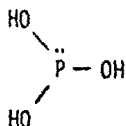


1.4.2 Propiedades Químicas .

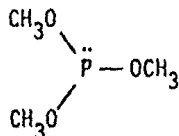
La abundancia de sustancias que contienen fósforo, proviene en -- parte de la habilidad que tiene el fósforo de usar orbitales "d" en enla-- ces. Esta habilidad permite al fósforo formar compuestos en los cuales el átomo tiene 5 ó 6 sustituyentes. Además el fósforo forma un enlace fuerte con el oxígeno P⁺-- O⁻. Sin embargo existen compuestos conteniendo el en-- lace P--O "normal".

Los fosfato-ésteres son derivados oxiácidos del fósforo y su nomenclatu-- ra se basa en dicha derivación.

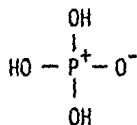
Los triésteres del ácido fosforoso son fosfitos P(OR)₃ y los triésteres del ácido fosfórico son fosfatos OP(OR)₃; a continuación se ejemplifica -- la nomenclatura de estos ácidos y sus ésteres.



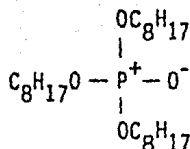
Ac. fosforoso
(inestable)



Fosfito de trimetilo



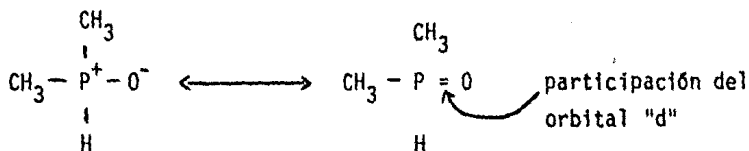
Ac. fosfórico



Fosfato de trioctilo (TOP)

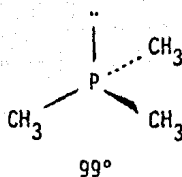
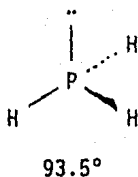
La configuración electrónica externa del fósforo $1s^2 2s^2 2p^6$ es similar a la del nitrógeno $1s^2 2s^2 2p^3$ por lo tanto existe paralelismo entre ellos con respecto a su química; sin embargo existen algunas diferencias. El fósforo puede tener diez electrones externos porque tiene disponibles orbitales de bajo spin (3d).

Participación del orbital "d" en el fósforo:



1.4.3 Estereoquímica .

Los derivados trisustituidos de fósforo son piramidales. Los ángulos de enlace no son muy mayores a los 90° , y son configuracionalmente estables a temperatura ambiente (7).



1.4.4 Usos .

El TOP ha tenido su mayor utilidad en los últimos años; es decir que su auge es de época reciente. Dentro de los usos más importantes se tienen:

- En 1975 se comprobó que el TOP diluido en queroseno + TBP (fosfato de tributilo) es una mezcla de compuestos orgánicos que se utiliza para extraer ácidos minerales de soluciones usadas en aleaciones de acero (8).

- Se utiliza también para extraer ácidos minerales y ácidos orgánicos a partir de ácidos de desecho del proceso productivo para aceros. Este tipo de extracción se utiliza específicamente para recuperación de HNO_3 y HF sin contaminación de Ni, Cr, Fe, etc. En este caso el TOP al 15% junto con Dibutil butil fosfonato al 10% en queroseno, son los compuestos que realizan la extracción (9).

- Otro uso importante y reciente del TOP es en la extracción y recuperación de metales a partir de lodos o minerales que contienen metales valiosos tales como: Au, Pt, Ag, Se, Te, Pd, Pb, Cu, Fe, Zn, Ni, Co, Sb, As.

Este proceso de extracción requiere en primer término Di(2-etil-hexil)-fosfato y después $(\text{BuO})_3\text{PO}$ y/o TOP u óxido de trioctil fosfina para recibir un último tratamiento con amina o amina-hidrocarburo (LIX54-N-querose

no) (10).

- El uso más común y general que tiene el TOP, es como compuesto plastificante en la industria de la misma rama (plásticos).

C A P I T U L O I I

FUNDAMENTOS TEORICOS

2.1 EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO POR DISOLVENTES .

2.1.1 Separación de metales por extracción .

La extracción en fase líquida de metales para fines de purificación es una operación conocida desde hace mucho tiempo. Durante años los métodos metalúrgicos clásicos recurrían a la distribución de impurezas entre metales fundidos y escorias.

En casi todos los sistemas de extracción en fase líquida de metales, - en que se requiere que éstos pasen a un disolvente orgánico, han de separarse primero algunas o todas las moléculas de agua asociadas con el ión metálico o coordinadas con él. En el caso de disolvente orgánico de constante dieléctrica relativamente baja, es necesario formar un compuesto eléctricamente neutro con el disolvente de extracción o con un agente formador de complejo agregado al disolvente.

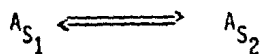
Los compuestos metálicos no son siempre extraíbles. El pH es muy importante, como también lo es el estado de oxidación del metal. La presencia de agentes de salinación influye también mucho en la facilidad de extracción. Por ajuste del pH y del estado de oxidación, frecuentemente son posibles separaciones notables. La economía del proceso requiere que el disolvente sea recuperado al invertir la dirección de extracción, lo que a menudo se hace por vía del pH o del estado de oxidación. Los elementos - de transición (Cu, Co, Ni, etc.) son los que en general presentan tendencia más señalada a formar complejos extraíbles; pero con ingenio suficien-

te es probable que casi todos los metales pueden separarse de cualquier otro metal por extracción en fase líquida, independientemente del costo. Hasta ahora sólo los metales más caros han sido aislados o concentrados industrialmente de esta manera (11).

2.1.2 Principio de la extracción .

El principio de la extracción por disolventes es el reparto de las especies que se desean separar entre dos fases líquidas no miscibles: en general una fase acuosa y una fase orgánica (constituida por un disolvente no miscible al agua).

Si se pone en contacto una solución de un soluto A en un disolvente S_1 con un disolvente S_2 no miscible con S_1 , algunas moléculas de A migrarán de la fase S_1 hacia la fase S_2 a través de la interfase líquido-líquido. Se puede obtener una relación entre las concentraciones de A en las dos fases en equilibrio aplicando la ley de acción de masas al equilibrio



o sea :

$$\frac{[A]_{S_2}}{[A]_{S_1}} = K$$

en donde $[A]_{S_1}$ y $[A]_{S_2}$ representan las actividades de A en cada uno de los dos disolventes en equilibrio; K es la constante termodinámica de reparto

del soluto A.

Si se añade una nueva cantidad de A a este sistema, se repartirá de nuevo entre las dos fases de tal manera que la relación escrita precedente, - se siga verificando.

Si se sigue añadiendo cierta cantidad de A al sistema, llegará un momento en que las dos fases, acuosa y orgánica, estarán saturadas de A (que -- quedará en estado sólido sin poder disolverse). En este momento, las concentraciones de A en cada una de las fases son iguales a las solubilidades de A, (S_1 y S_2) en cada una de ellas y, si se supone que las concentraciones y las actividades son iguales, se puede escribir :

$$\frac{S_2}{S_1} = K$$

A partir de esta relación se puede hacer un cierto número de observaciones cualitativas:

- Como es conocido que un mismo soluto puede tener solubilidades muy diferentes en el agua y en un disolvente orgánico, la constante K puede ser muy diferente de 1.

- Si dos especies tienen las constantes de reparto muy diferentes, se podrá obtener su separación total o parcial por simple separación de las dos fases líquidas no miscibles, lo que es muy fácil técnicamente.

- Para extraer por un disolvente orgánico una especie, inicialmente en solución acuosa, es necesario crear las condiciones favorables para la formación, a partir de esta especie, de un compuesto que presenta una afini--

dad mucho más grande por el disolvente orgánico.

Un problema que se encuentra con mucha frecuencia es la separación de elementos metálicos. A menudo, el elemento metálico está en la solución en forma de un catión metálico. Para crear a partir de tal catión, una especie que se pueda extraer por un disolvente orgánico, hay que neutralizar la carga en primer lugar. Se puede hacer de varias formas que se diferencian por el tipo de disolvente orgánico utilizado. El conjunto de estas características constituye el "Sistema de extracción".

2.1.3 Sistemas de extracción .

2.1.3.1 Extracción directa de sales minerales: La carga del catión metálico se puede neutralizar por un anión inorgánico. Sin embargo -- las especies puramente minerales que se pueden extraer por disolventes orgánicos inertes son raras.

2.1.3.2 Extracción provocada de sales minerales por un disolvente oxigenado o un reactivo solvatante: Se pueden utilizar disolventes orgánicos puros o diluidos capaces de solvatar los cationes metálicos. Son los disolventes oxigenados, dadores de dobles, como los alcoholes, las cetonas, los éteres y también algunos compuestos orgánicos muy solvataantes como el fosfato de tributilo y los óxidos de trialkil-fosfina.

2.1.3.3 Extracción de complejos minerales aniónicos asociados a cationes orgánicos: También se puede utilizar una gran concentración de un anión mineral complejante en fase acuosa para formar complejos aniónicos con el catión metálico. Se puede extraer estos complejos aniónicos si en el medio existen cationes con carácter orgánico marcado capaces de aso-

ciarse con los complejos aniónicos para dar pares de iones insolubles en el disolvente orgánico.

2.1.3.4 Extracción de compuestos orgánicos de los metales.

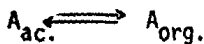
2.1.3.4.1 Extracción de sales orgánicas: Algunos ácidos orgánicos, principalmente los ácidos carboxílicos, sulfónicos o fosfóricos dan sales con los cationes metálicos que se pueden extraer con los disolventes orgánicos.

Algunas sales de metales alcalinos son muy solubles en agua, en donde liberan aniones orgánicos capaces de dar con los cationes metálicos sales que se extraen con los disolventes orgánicos.

2.1.3.4.2 Extracción de quelatos: Otros compuestos orgánicos, solubles sobre todo en los disolventes orgánicos, poseen por un lado un hidrógeno fácilmente reemplazable por un metal y por otro, un grupo donador de electrones. Estos compuestos dan con los elementos metálicos complejos cíclicos muy estables que se llaman "quelatos".

2.1.4 Factores de que depende el coeficiente de reparto .

Si la especie que se extrae es muy estable y es la única forma en la que existe el metal en cada fase, la extracción se describe solamente con un equilibrio:



$$K = \frac{A_{org.}}{A_{ac.}}$$

Este caso es excepcional y raramente la reacción de formación de la especie extraíble es total. A menudo entra en competencia con otras reacciones que puede dar el catión metálico en fase acuosa (hidrólisis, formación de complejos, óxido-reducción). Además la especie extraída puede también participar en la fase orgánica en otras reacciones de polimerización, de asociación y, en ciertos disolventes de disociación. Por consiguiente, - en general, el metal existe en distintas formas en cada una de las dos fases y el coeficiente de reparto global está en función de todos los factores de los que depende el reparto de estas formas diferentes, es decir, de las concentraciones de las especies puestas en juego en las reacciones secundarias.

Hay otros medios para variar un coeficiente de reparto (para que tenga un valor dado) independientemente de modificar las concentraciones de los reactivos. Estos medios son:

- La utilización de dos reactivos orgánicos.
- La adición de sales minerales a la fase acuosa.
- La adición de reactivos complejantes en fase acuosa o efecto de enmascaramiento (12).

2.2 ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA .

La absorción atómica se puede definir como el estudio y medida de la energía radiante de átomos libres; es decir, es el proceso de absorción a nivel molecular, manifestado por las transiciones entre los niveles energéticos del elemento en cuestión. Así se puede ver la manifestación de esta absorción como una luz de longitud de onda característica y específica

de la transición efectuada.

La característica de interés en las mediciones por absorción atómica, es la cantidad de luz a la longitud de onda resonante, que es absorbida -- cuando la luz pasa a través de una nube atómica y conforme el número de átomos se incrementa en el haz de luz, la cantidad que de ésta será absorbida se incrementará en forma predecible; es decir, se puede efectuar una determinación cuantitativa del analito presente midiendo la cantidad de luz absorbida, usando fuentes especiales de luz y seleccionando la longitud de onda específica del elemento individual aún en presencia de otros.

La teoría de la absorción atómica tiene su fundamento en las leyes de la espectroscopía que son: Composición de la materia, espectro electromagnético, espectros de absorción y propiedades de la energía radiante.

En conclusión, la absorción atómica es una técnica analítica que permite tener un alto grado de confianza y sensibilidad dentro del análisis -- cuantitativo de los elementos (metales) (13).

CAPITULO III DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 Determinación del rendimiento de extracción en función de pH .

Con la finalidad de verificar lo reportado por Herrera y Vázquez (2)- se realizaron 37 series de extracciones de cobalto II con TOP en hexano a diferentes valores de pH, para lo cual se efectuaron las siguientes determinaciones:

3.1.1 Trazo de la gráfica $\%R=f(\text{pH})$ (cobalto 10 ppm con TOP al 20%).

Para trazar la curva % de rendimiento en función de pH de una solución de cobalto 10 ppm con TOP al 20% en hexano se llevó a cabo el siguiente procedimiento:

3.1.1.1 Procedimiento . Se colocó en cada uno de los embudos de separación 20 ml de solución acuosa con: 2 ml de CoCl_2 100 ppm (para tener 10 ppm de Co^{2+} en solución), una cantidad variable de HCl 0.1 N (desde 1 hasta 18 ml) para ajustar el pH de cada solución desde 1 hasta 7 y cantidades variables de NaOH 0.1 N (desde 0.1 hasta 4 ml) para fijar los valores de pH alcalinos. Los valores de pH ajustados se midieron con un potenciómetro Corning 12 de escala expandida.

Una vez ajustado el pH en la fase acuosa y colocada ésta en los embudos correspondientes, se adicionaron 20 ml de solución orgánica de TOP al 20% en hexano y se procedió a efectuar la extracción agitando cada embudo durante un tiempo aproximado de 2 minutos. Se dejó reposar para permitir la separación de las fases.

Finalmente a la fase acuosa se le determinó por medio de espectrofotografía

metría de absorción atómica la cantidad de cobalto II que quedó en ésta y por diferencia de la cantidad total se determinó el rendimiento de extracción.

3.1.1.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 1 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f(\text{pH})$ que se muestra en gráfica # 1.

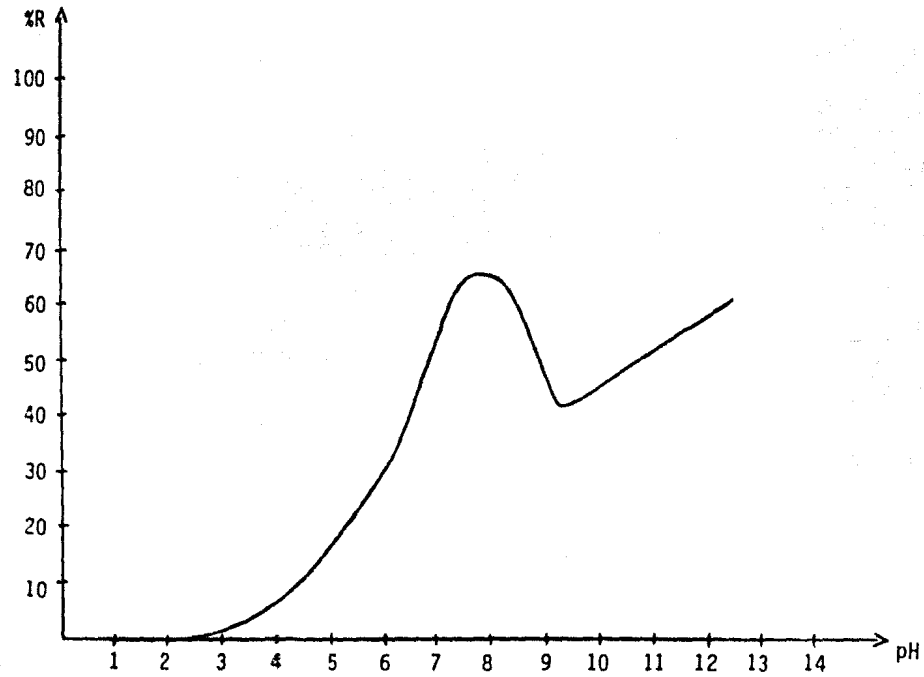
T A B L A 1

Vol. HCl (ml)	pHimp.	[Co]ac. fin.	% R
18.0	1.07	10.00	0.0
2.0	2.13	10.00	0.0
0.0	4.39	8.97	10.3
<hr/>			
Vol. NaOH			
0.1	6.21	6.62	33.8
0.3	7.67	3.43	65.7
0.7	8.25	3.66	63.4
0.9	8.59	4.45	55.5
1.0	9.34	5.79	42.1
2.0	11.90	4.25	57.5
4.0	12.45	2.89	61.1

3.1.1.3 Discusión . A valores de pH muy ácidos no se lleva a cabo la extracción; donde se obtiene un mayor rendimiento de extracción es en el intervalo de pH de 7 a 8 aunque a valores mayores a estos se obtiene -

Gráfica # 1

$\%R = f(\text{pH})$ (cobalto 10 ppm con TOP al 20%)



también un rendimiento entre el 45% y 55%.

3.1.2 Trazo de la curva %R=f(pH) (cobalto 5 ppm con TOP al 20%).

Para trazar la curva % de rendimiento en función de pH de una -- solución de cobalto de 10 ppm extraída con TOP al 20% en hexano se llevó a cabo lo siguiente:

3.1.2.1 Procedimiento . El procedimiento es igual que en el inciso anterior, sólo varía la cantidad de solución de CoCl_2 , en este caso se adi cionó 1 ml de solución de CoCl_2 100 ppm (para tener 5 ppm de Co^{2+} en fase acuosa).

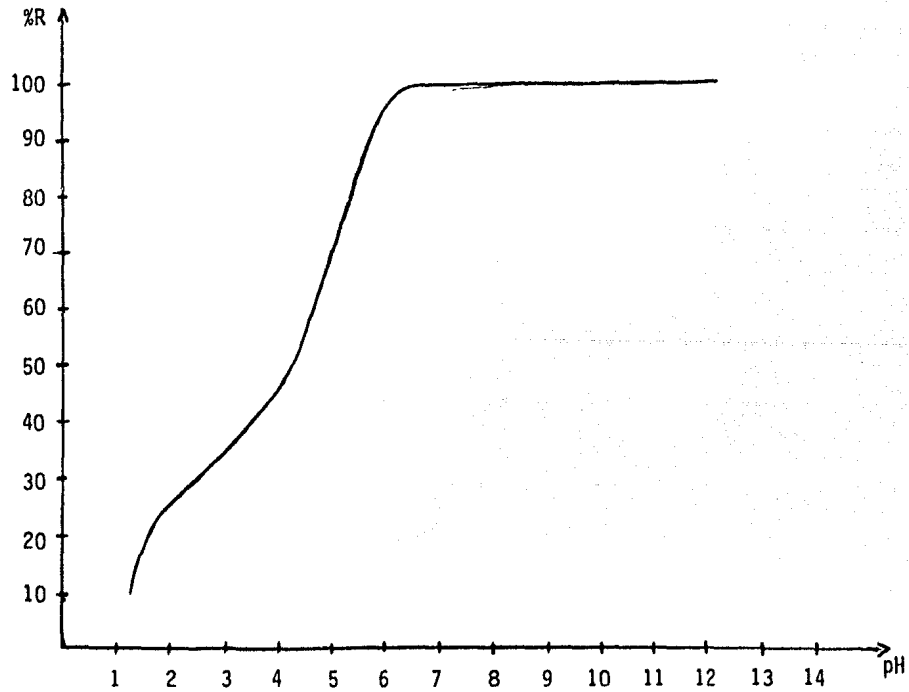
3.1.2.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la - tabla 2 y a partir de ellos se traza la curva %R=f(pH) que se muestra en - la gráfica # 2.

T A B L A 2

<u>Vol. HCl</u>	<u>pHimp.</u>	<u>[Co]ac.fin.</u>	<u>% R</u>
19.0	1.26	4.57	8.6
8.0	1.49	4.12	17.6
0.0	4.21	2.53	49.4
<hr/>			
<u>Vol. NaOH</u>			
0.1	6.51	0.0	100.0
0.3	6.65	0.0	100.0
0.5	7.34	0.0	100.0
0.7	7.95	0.0	100.0
0.9	8.63	0.0	100.0
1.0	9.76	0.0	100.0
3.0	12.19	0.0	100.0

Gráfica # 2

$\%R = f(\text{pH})$ (cobalto 5 ppm con TOP al 20%)



3.1.2.3 Discusión . Desde valores de pH ácidos empieza a detectarse la extracción, aunque es bajo el rendimiento; a partir de pH=7 en adelante se obtiene un rendimiento cercano al 100%.

De las dos series de extracciones efectuadas y por los resultados obtenidos se decidió medir el pH de la fase acuosa antes y después de cada extracción para observar si este parámetro varía después de efectuarlas.

Estas extracciones demuestran que el mayor rendimiento está en valores de pH alcalinos a partir de 7, por ello se decidió hacer extracciones a pH fijo e impuesto, variando la concentración de TOP de la fase orgánica para encontrar las mejores condiciones de pH y [TOP] para la extracción del cobalto II.

3.1.3 Trazo de la gráfica $\%R=f([TOP])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto entre 7 y 8.

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 10ppm a un pH ajustado entre 7 y 8 se efectúa la siguiente:

3.1.3.1 Procedimiento . A diferencia de las extracciones anteriores, la solución acuosa contenía 2 ml de $CoCl_2$ 100 ppm y 17.5 ml de H_2O -- más una cantidad constante de 0.5 ml de NaOH 0.1 N en cada embudo de separación para fijar el pH. Las soluciones anteriores se colocaron en cada uno de los embudos adicionándose 20 ml de solución orgánica de TOP en hexano variando la concentración de éste en cada embudo; las concentraciones utilizadas de TOP fueron de 5%, 10%, 15% y 20% continuándose el proceso de extracción como en los incisos 1.1.1 y 1.2.1 midiendo después de cada ex--

tracción el pH de la fase acuosa en el potenciómetro y antes de hacer la -
determinación espectrofotométrica por absorción atómica.

3.1.3.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la
tabla 3 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra -
en la gráfica # 3.

T A B L A 3

Vol.NaOH (ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
0.5	5%	7.86	6.05	5.2	48.0
0.5	10%	8.49	5.83	5.0	50.0
0.5	15%	7.92	7.11	0.0	100.0
0.5	20%	7.65	5.37	6.0	40.0

3.1.3.3 Discusión . De las cuatro concentraciones de TOP, la de -
15% es la que facilita más la extracción ya que se obtiene un rendimiento
del 100%.

Se observa una variación considerable en el pH después de la extracción;
éste disminuye hasta en 2 unidades.

3.1.4 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto en-
tre 8 y 9.

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentra-
ción de TOP de una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto entre 8 y 9
se lleva a cabo lo siguiente:

3.1.4.1 Procedimiento . Para esta serie se procedió como en el --

inciso 1.3.1 pero variando el volumen de la solución acuosa, la cual contiene 1 ml de CoCl_2 100 ppm, 18.7 ml de H_2O y 0.3 ml de NaOH 0.1 N para ajustar el pH entre 8 y 9.

3.1.4.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 4 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ la cual se muestra en la gráfica # 4.

T A B L A 4

<u>Vol. NaOH (ml)</u>	<u>[TOP]</u>	<u>pHinic.</u>	<u>pHfin.</u>	<u>[Co]ac.fin.</u>	<u>% R</u>
0.3	5%	8.85	7.35	2.55	49.0
0.3	10%	8.98	6.58	2.43	51.4
0.3	15%	8.78	7.28	0.00	100.0
0.3	20%	9.03	5.48	3.20	36.0

3.1.4.3 Discusión . En el rendimiento en función de la concentración de TOP, se observa un comportamiento igual al del inciso 3.1.3.3, es decir la mejor concentración para extraer al cobalto es la de 15%.

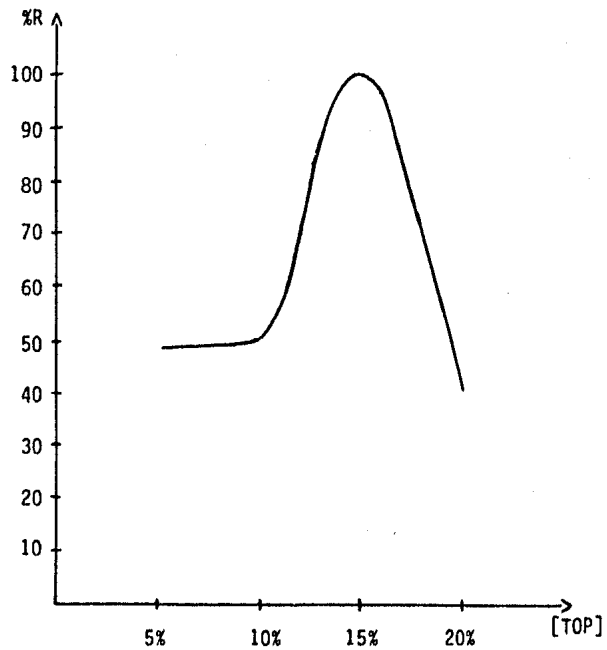
Se observa también un cambio significativo en el pH después de las extracciones hasta en 3.5 unidades aproximadamente.

Se concluye que las dos concentraciones de cobalto se extraen en forma similar para las condiciones de pH establecidas.

Con base en los resultados anteriores y comprobando que el pH varía después de cada extracción, se probaron las mismas extracciones de cobalto 10 y 5 ppm con cuatro diferentes concentraciones de TOP a valores de pH impuestos desde 3 hasta 11-12, efectuando series de extracciones iguales a -

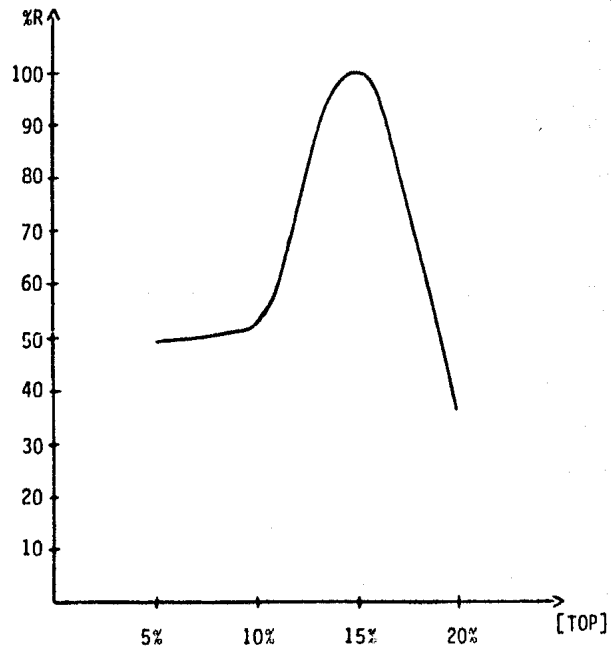
Gráfica # 3

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH entre 7 y 8)



Gráfica # 4

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH entre 8 y 9)



las de los incisos 3.1.3 y 3.1.4 variando en cada una de ellas los volúmenes de las soluciones de HCl, NaOH y las de CoCl_2 .

3.1.5 Trazo de la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto entre 3 y 4.

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto entre 3 y 4 se lleva a cabo el siguiente procedimiento:

3.1.5.1 Procedimiento . Como el procedimiento para todas las extracciones es el mismo, se indicará en cada caso las cantidades de las soluciones que forman la fase acuosa.

Fase Acuosa: 2 ml de CoCl_2 (100 ppm) + 0.4 ml de HCl (0.1 N) + 17.6 ml de H_2O .

3.1.5.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 5 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ que se muestra en la gráfica # 5.

T A B L A 5

<u>Vol.HCl (ml)</u>	<u>[TOP]</u>	<u>pHinic.</u>	<u>pHfin.</u>	<u>[Co]ac.fin.</u>	<u>% R</u>
0.4	5%	3.32	3.31	9.26	7.4
0.4	10%	3.25	3.20	8.31	16.9
0.4	15%	3.49	3.45	8.48	15.2
0.4	20%	3.26	3.26	8.86	11.4

3.1.5.3 Discusión . La variación de pH aquí es mínima (centésimas

de unidad); el porcentaje de rendimiento es muy bajo con las cuatro concentraciones de TOP probadas, siendo las que mejor extraen, las de 10% y 15%.

3.1.6 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto entre 3 y 4.

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto entre 3 y 4, se tienen las siguientes condiciones:

3.1.6.1 Fase Acuosa: 1 ml de $CoCl_2$ (100 ppm) + 18.6 ml de H_2O + 0.4 ml de HCl (0.1 N).

3.1.6.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 6 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 6.

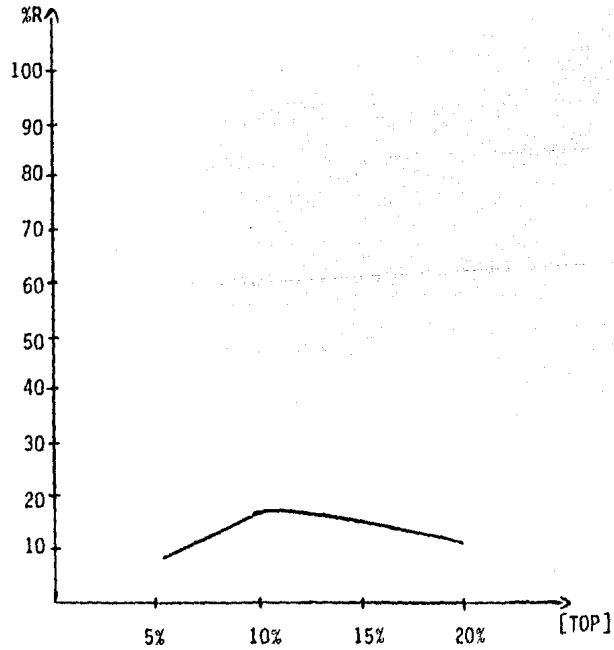
T A B L A 6

Vol.HCl (ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
0.4	5%	3.08	3.08	3.78	24.4
0.4	10%	3.21	3.21	5.00	0.0
0.4	15%	3.10	3.05	4.89	2.2
0.4	20%	3.25	3.25	5.00	0.0

3.1.6.3 Discusión . Al igual que para cobalto 10 ppm, no hubo variación del pH; no hay extracción para $[TOP]= 10\%, 15\%$ y 20% , sólo para la de 5% aunque el rendimiento para ésta es bajo.

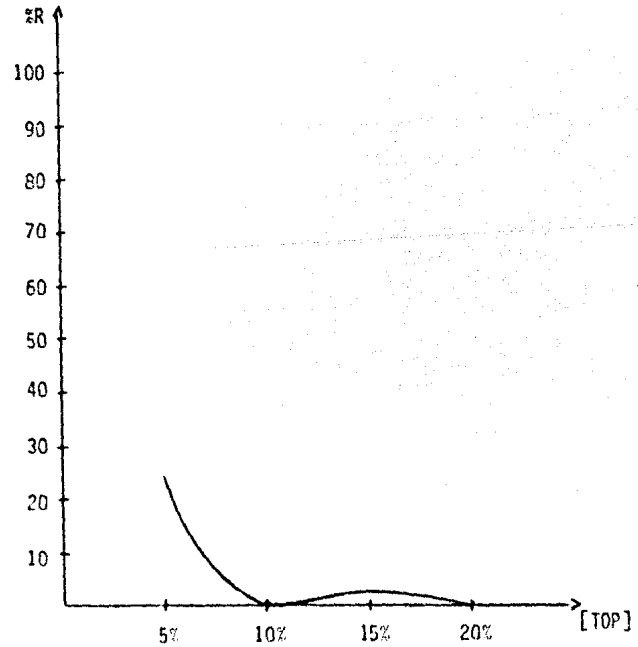
Gráfica # 5

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH entre 3 y 4)



Gráfica # 6

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH entre 3 y 4)



Comparando las concentraciones de cobalto (10 y 5 ppm), se observa diferencia entre las gráficas aunque ambas tienen un rendimiento muy bajo.

Con estas dos series también se confirma que a valores de pH muy ácidos no hay extracción de cobalto.

3.1.7 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto entre 5 y 6.

Para trazar la curva $\%$ de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto entre 5 y 6 se tienen las siguientes condiciones:

3.1.7.1 Fase Acuosa: 2 ml de $CoCl_2$ 100 ppm + 17.9 ml de H_2O + 0.1 ml de HCl (0.1 N).

3.1.7.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 7 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 7.

T A B L A 7

Vol.HCl (ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
0.1	5%	5.53	5.48	7.74	22.6
0.1	10%	5.61	5.32	4.00	60.0
0.1	15%	5.64	4.98	4.66	53.4
0.1	20%	5.55	4.82	4.41	55.9

3.1.7.3 Discusión . Se observa un aumento en la variación del pH (una unidad aproximadamente).

Aumenta el rendimiento de extracción en forma significativa exceptuando al TOP 5%.

3.1.8 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto entre 5 y 6.

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP a un pH impuesto entre 5 y 6 se tienen las siguientes condiciones:

3.1.8.1 Fase Acuosa: 1 ml de $CoCl_2$ + 18.9 ml de H_2O + 0.1 ml de HCl (0.1 N)

3.1.8.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 8 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 8

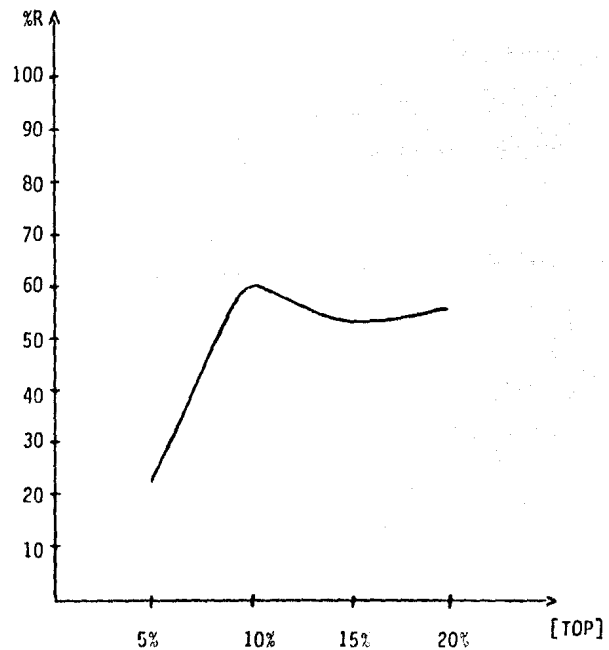
T A B L A 8

Vol.HCl (ml)	[TOP]	pH _{inic.}	pH _{fin.}	[Co] _{ac.fin.}	% R
0.1	5%	5.79	5.66	5.00	0.0
0.1	10%	5.63	5.26	3.07	38.6
0.1	15%	6.02	4.94	4.88	2.4
0.1	20%	5.29	4.75	4.59	8.2

3.1.8.3 Discusión . En esta serie sucede lo mismo que con cobalto 10 ppm, el pH varía, disminuyendo después de la extracción; el rendimiento en función de la concentración de TOP no es coherente con el inciso 3.1.7, obteniéndose un rendimiento menor al 40% con el TOP 10% y en las otras con

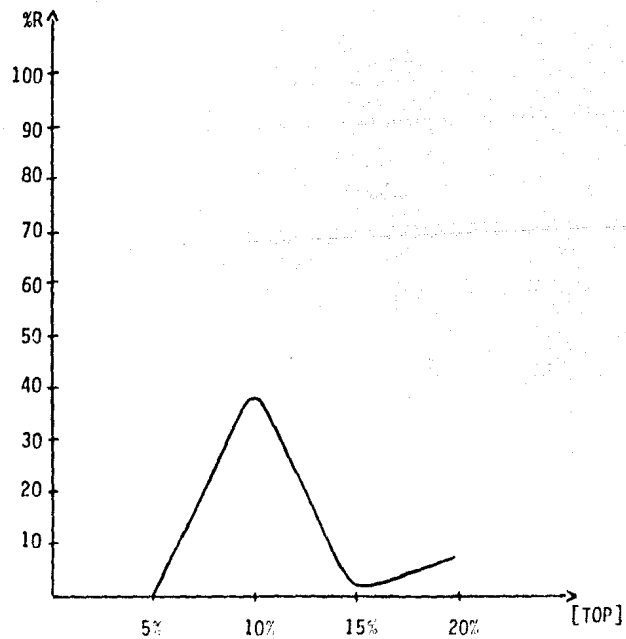
Gráfica # 7

%R=f([TOP]) (cobalto 10 ppm a pH entre 5 y 6)



Gráfica # 8

%R=f([TOP]) (cobalto 5 ppm a pH entre 5 y 6)



centraciones de TOP prácticamente no hay extracción.

3.1.9 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto entre 7 y 8.

Para trazar la curva $\%$ de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto entre 7 y 8 se tienen las siguientes condiciones:

3.1.9.1 Fase Acuosa: En esta serie de extracciones, el pH se fija con solución de NaOH siendo la composición de la solución: 2 ml de $CoCl_2$ -100 ppm + 17.75 ml de H_2O + 0.25 ml de NaOH (0.1 N).

3.1.9.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 9 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 9.

T A B L A 9

<u>Vol.NaOH(ml)</u>	<u>[TOP]</u>	<u>pHinic.</u>	<u>pHfin.</u>	<u>[Co]ac.fin.</u>	<u>% R</u>
0.25	5%	7.15	5.86	9.80	2.0
0.25	10%	7.07	4.65	9.52	4.8
0.25	15%	7.07	4.64	9.46	5.4
0.25	20%	7.24	4.44	9.70	3.0

3.1.9.3 Discusión . El pH disminuye en dos unidades aproximadamente después de cada extracción; casi no hay extracción para ninguna concentración de TOP, aunque hay variación considerable de pH.

3.1.10 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto en tre 7 y 8.

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto entre 7 y 8 se tienen las siguientes condiciones:

3.1.10.1 Fase Acuosa: 1 ml de $CoCl_2$ 100 ppm + 18.85 ml de H_2O + 0.15 ml de NaOH (0.1 N).

3.1.10.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 10 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 10.

T A B L A 10

<u>Vol.NaOH(ml)</u>	<u>[TOP]</u>	<u>pHinic.</u>	<u>pHfin.</u>	<u>[Co]ac.fin.</u>	<u>% R</u>
0.15	5%	7.01	5.75	5.00	0.0
0.15	10%	7.27	4.87	4.83	3.4
0.15	15%	7.07	4.41	4.83	3.4
0.15	20%	7.07	4.12	5.00	0.0

3.1.10.3 Discusión . Este estudio es similar al inciso 3.1.9; se presentan los mismos resultados, variando significativamente el pH.

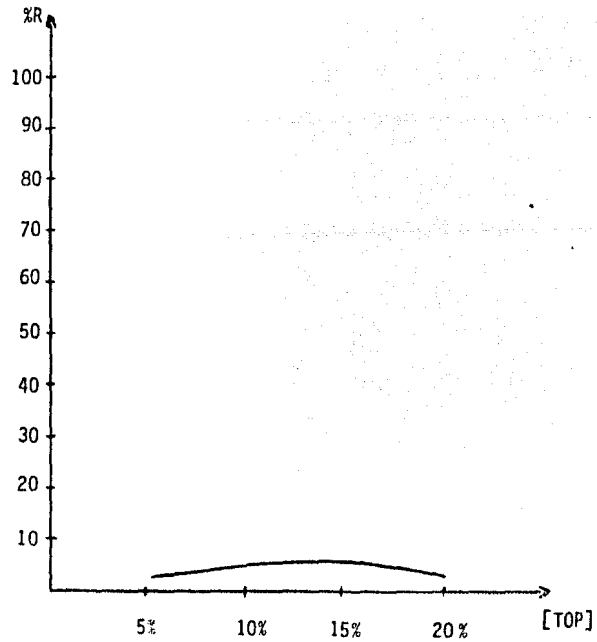
A estas condiciones de pH, no hay extracción, sólo se observa una disminución en éste parametro después de cada extracción.

3.1.11 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto - entre 9 y 10.

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concen--

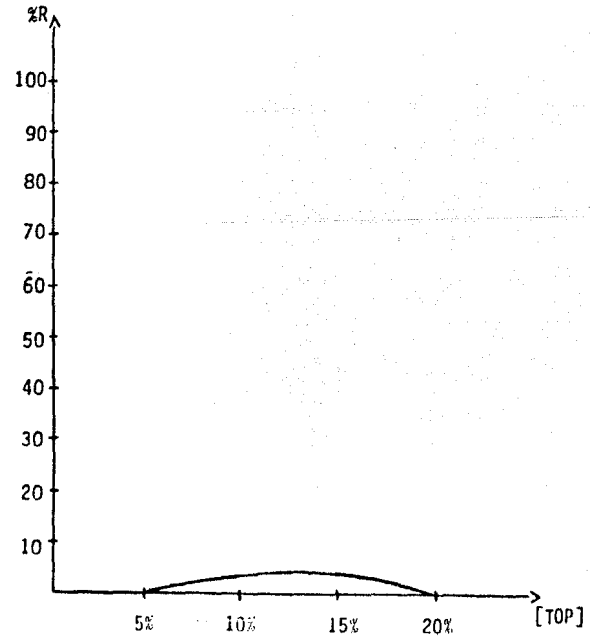
Gráfica # 9

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH entre 7 y 8)



Gráfica # 10

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH entre 7 y 8)



tracción de TOP de una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto entre 9 y 10 se tienen las siguientes condiciones:

3.1.11.1 Fase Acuosa: 2 ml de CoCl_2 100 ppm + 16.95 ml de H_2O + 1.05 ml de NaOH (0.1 N).

3.1.11.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 11 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ que se muestra en la gráfica # 11.

T A B L A 11

Vol.NaOH(ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
1.05	5%	9.02	6.86	8.93	10.7
1.05	10%	9.10	6.14	8.42	15.8
1.05	15%	9.09	6.14	8.98	10.2
1.05	20%	9.04	5.83	8.95	10.5

3.1.11.3 Discusión . El rendimiento de extracción aumenta poco a estos valores de pH con respecto a $\text{pH}=7$. Se observa que el pH disminuye - más que en todos los casos anteriores confirmandose que a valores de pH al calinos, la disminución de éste es mayor después de cada extracción.

La extracción es aproximadamente igual para todas las concentraciones - de TOP estudiadas.

3.1.12 Trazo de la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto en tre 9 y 10.

Para trazar la curva de rendimiento en función de la concen--

tración de TOP de una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto entre 9 y 10 se tienen las siguientes condiciones:

3.1.12.1 Fase Acuosa: 1 ml de CoCl_2 100 ppm + 18.4 ml de H_2O + 0.6 ml de NaOH (0.1 N).

3.1.12.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 12 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ que se muestra en la gráfica # 12.

T A B L A 12

Vol. NaOH(ml)	[TOP]	pH _{inic.}	pH _{fin.}	[Co] _{ac.fin.}	% R
0.6	5%	9.17	6.70	4.24	15.2
0.6	10%	9.24	5.85	4.63	7.4
0.6	15%	9.26	5.57	4.63	7.4
0.6	20%	9.22	4.44	4.73	5.4

3.1.12.3 Discusión . El comportamiento de las extracciones es similar al inciso anterior, aquí también disminuyen los valores de pH hasta en 5 unidades aproximadamente.

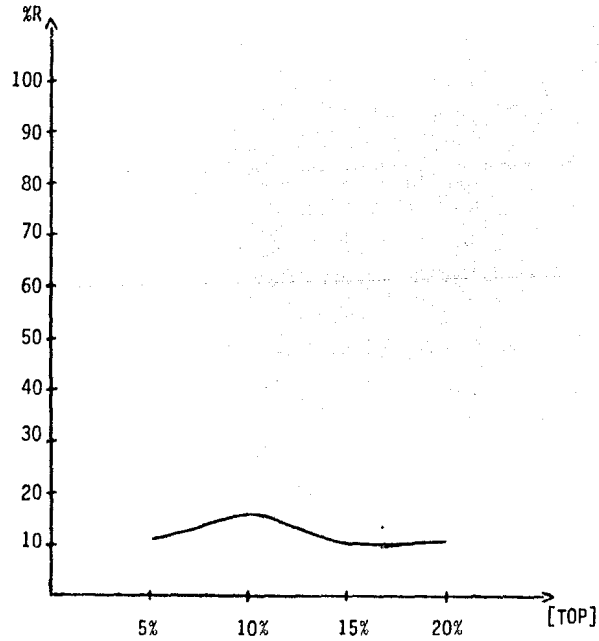
El rendimiento disminuye un poco con respecto a la concentración de 10 ppm; la única concentración de TOP que permanece aproximadamente igual al inciso anterior es la de 5%.

3.1.13 Trazo de la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto entre 11 y 12.

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concen--

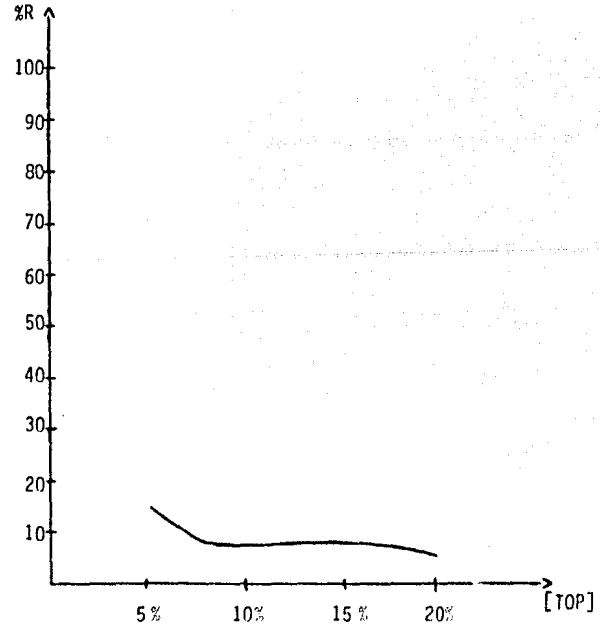
Gráfica # 11

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH entre 9 y 10)



Gráfica # 12

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH entre 9 y 10)



tracción de TOP de una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto entre 11 y 12 se tienen las siguientes condiciones:

3.1.13.1 Fase Acuosa: 2 ml de CoCl_2 100 ppm + 17.95 ml de H_2O + 0.05 ml de NaOH (1 N).

3.1.13.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 13 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ que se muestra en la gráfica # 13.

T A B L A 13

Vol.NaOH(ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
0.05	5%	11.46	10.13	0.0	100.0
0.05	10%	11.37	8.72	1.98	80.2
0.05	15%	11.45	7.88	1.83	81.7
0.05	20%	11.43	7.48	0.83	91.7

3.1.13.3 Discusión . Se continúa observando una gran disminución del pH después de cada extracción. El rendimiento es bueno, pues se extrae casi todo el cobalto de la fase acuosa.

Como ya se indicó, se observa que en la fase orgánica se forma emulsión después de cada extracción la cual desaparece después de dejar reposar las fases en el embudo por un tiempo aproximado de 45 minutos.

3.1.14 Trazo de la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto entre 11 y 12.

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concen--

tracción de TOP de una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto entre 11 y 12 se tienen las siguientes condiciones:

3.1.14.1 Fase Acuosa: 1 ml de CoCl_2 100 ppm + 18.95 ml de H_2O + 0.05 ml de NaOH (1 N).

3.1.14.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 14 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ que se muestra en la gráfica # 14.

T A B L A 14

Vol.NaOH(ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
0.05	5%	11.07	10.88	0.00	100.0
0.05	10%	11.13	10.84	0.00	100.0
0.05	15%	11.09	7.65	0.36	92.8
0.05	20%	11.10	7.09	0.00	100.0

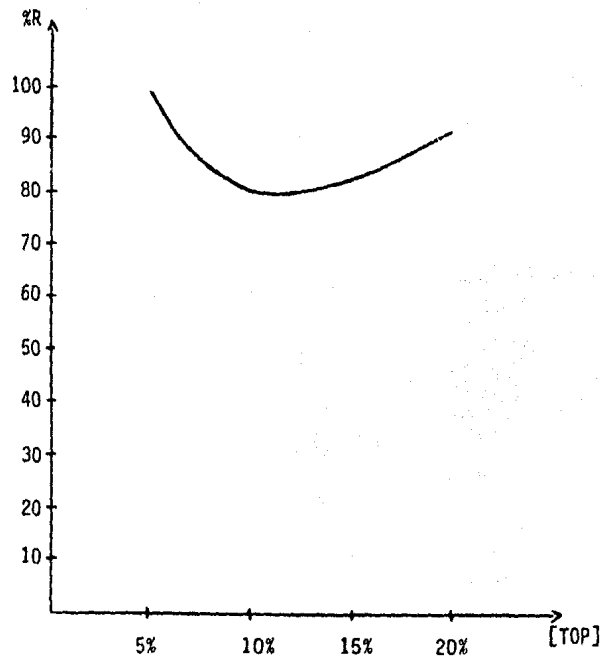
3.1.14.3 Discusión . Se observa también formación de emulsión -- (aunque muy poca) en fase orgánica después de la extracción; disminuye el pH después de las extracciones, aunque menos que para cobalto 10 ppm.

La extracción es completa en todos los casos con excepción del TOP al 15% aunque para ésta se puede considerar satisfactoria la extracción.

Bajo estas condiciones de pH se tiene buen rendimiento de extracción observándose también la mayor variación de los valores de pH, de lo que se piensa que la extracción de cobalto con TOP depende del pH al que se efectúe tal extracción.

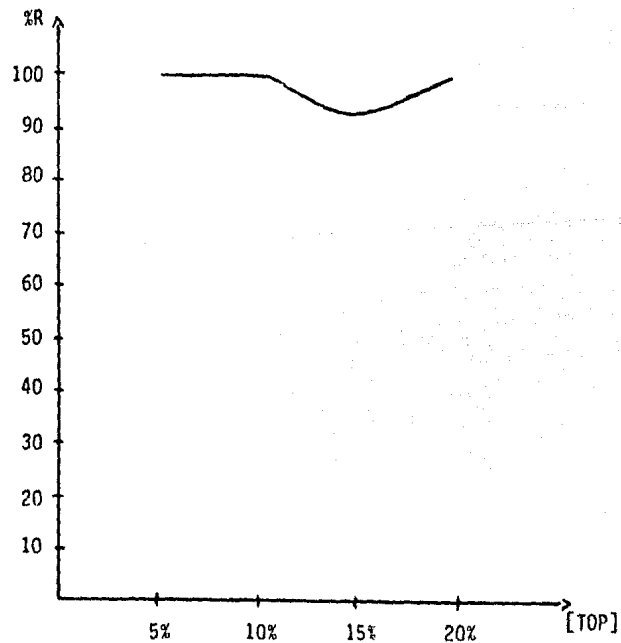
Gráfica # 13

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH entre 11 y 12)



Gráfica # 14

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH entre 11 y 12)



3.2 Estudio de la extracción de cobalto II a partir de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ y CoSO_4 .

Con los estudios realizados en la extracción de cobalto a partir de CoCl_2 se decidió efectuar otros a partir de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ y CoSO_4 , es decir cambiando el anión acompañante para observar si la presencia de éste influye en la extracción.

El procedimiento para estas series de extracciones es el mismo que para las de CoCl_2 a excepción del ácido con el que se fijaron los valores de pH utilizándose HNO_3 y H_2SO_4 cuyo anión es igual al de la sal correspondiente.

Para las extracciones con $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ y CoSO_4 no se reporta procedimiento, sólo se reportan: volúmenes, concentraciones y valores de pH impuestos a las soluciones utilizadas.

3.2.1 Extracción de cobalto II a partir de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$.

3.2.1.1 Trazo de la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto de 3.

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto de 3 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.1.1.1 Fase Acuosa: 1 ml de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ 100 ppm + 9.5 ml de H_2O + 9.5 ml de HNO_3 (0.1 N).

3.2.1.1.2 Resultados. Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 15 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ que

se muestra en la gráfica # 15.

T A B L A 15

Vol. HNO ₃ (ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
9.5	5%	2.99	2.99	4.64	7.2
9.5	10%	2.96	2.96	4.56	8.8
9.5	15%	3.03	3.00	4.94	1.2
9.5	20%	3.03	3.00	4.86	2.8

3.2.1.1.3 Discusión . Los valores de pH no sufren variación alguna en las cuatro concentraciones de TOP; casi no hay extracción, se obtienen rendimientos menores al 10%.

3.2.1.2 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 5 ppm a un pH impuesto de 5 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto de 5 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.1.2.1 Fase Acuosa: 1 ml de $Co(NO_3)_2$ 100 ppm + 18.9 ml de H_2O + 0.1 ml de HNO_3 (0.1 N).

3.2.1.2.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 16 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 16.

T A B L A 16

Vol. HNO ₃ (ml)	[TOP]	pH _{inic.}	pH _{fin.}	[Co]ac. fin.	% R
0.1	5%	5.05	4.65	4.27	14.6
0.1	10%	5.07	4.35	4.31	13.8
0.1	15%	5.04	4.30	4.62	7.6
0.1	20%	5.05	4.19	4.65	7.0

3.2.1.2.3 Discusión . Empieza a disminuir el pH después de las extracciones; aumenta un poco el rendimiento de extracción hasta en un 14% aproximadamente.

3.2.1.3 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto de 5.

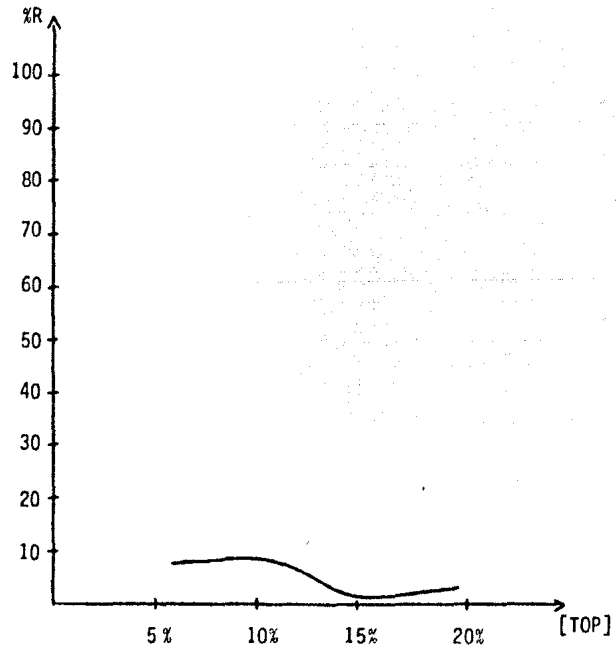
Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto de 5 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.1.3.1 Fase Acuosa: 2 ml de $Co(NO_3)_2$ 100 ppm + 17.9 ml de H_2O + 0.1 ml de HNO_3 (0.1 N).

3.2.1.3.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 17 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 17.

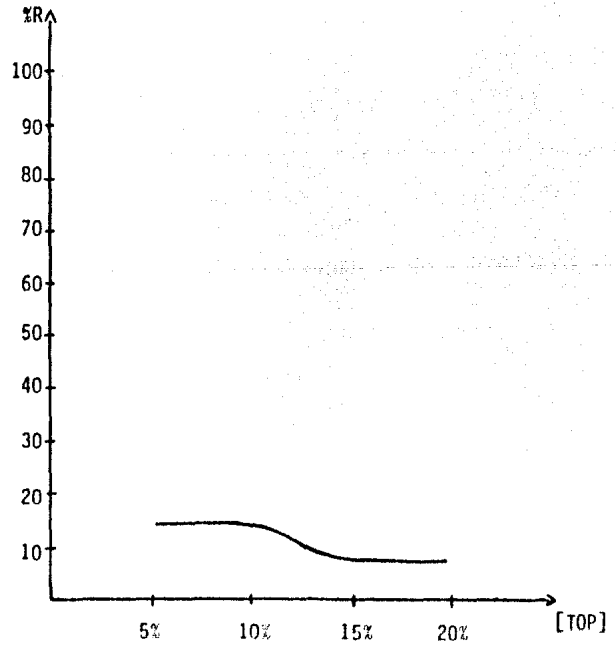
Gráfica # 15

%R=f([TOP]) (cobalto 5 ppm a pH=3)



Gráfica # 16

%R=f([TOP]) (cobalto 5 ppm a pH=5)



T A B L A 17

Vol. HNO ₃ (ml)	[TOP]	pH _{inic.}	pH _{fin.}	[Co]ac. fin.	% R
0.1	5%	5.03	4.80	9.86	1.4
0.1	10%	5.06	4.40	9.86	1.4
0.1	15%	5.07	4.33	9.68	3.2
0.1	20%	5.02	4.24	9.90	1.0

3.2.1.3.3 Discusión . Se observa una pequeña disminución en el pH después de cada extracción al igual que en el inciso anterior.

Con esta concentración de cobalto casi no hay extracción, baja bastante con respecto a la concentración de 5 ppm.

3.2.1.4 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto de 7 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto de 7 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.1.4.1 Fase Acuosa: 2 ml de $Co(NO_3)_2$ 100 ppm + 17.8 ml de H₂O + 0.2 ml de NaOH (0.1 N).

3.2.1.4.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 18 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 18.

T A B L A 18

Vol.NaOH(ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
0.2	5%	7.26	5.82	9.17	8.3
0.2	10%	7.50	4.75	9.31	6.9
0.2	15%	7.33	4.09	10.00	0.0
0.2	20%	7.51	3.83	10.00	0.0

3.2.1.4.3 Discusión . Aquí ya se observa una variación considerable en el pH después de cada extracción; éste parametro disminuye para este caso hasta cerca de 4 unidades aproximadamente.

En las concentraciones 15% y 20% de TOP no hay extracción, y en las otras dos el rendimiento es muy bajo.

3.2.1.5 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto de 7 .

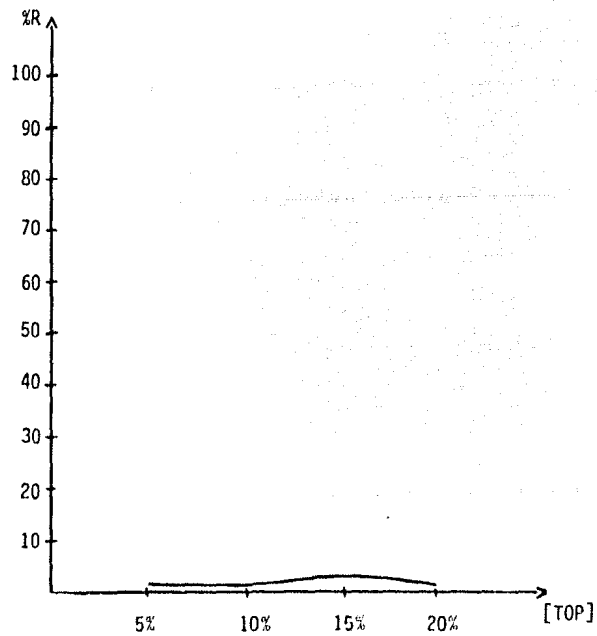
Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto de 7 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.1.5.1 Fase Acuosa: 1 ml de $Co(NO_3)_2$ 100 ppm + 18.9 ml de H_2O + 0.1 ml de NaOH (0.1 N).

3.2.1.5.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 19 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 19.

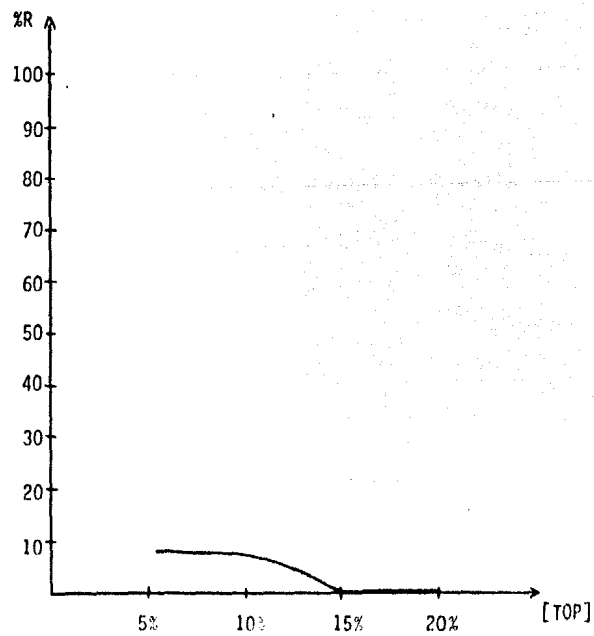
Gráfica # 17

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH=5)



Gráfica # 18

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH=7)



T A B L A 19

<u>Vol. NaOH(ml)</u>	<u>[TOP]</u>	<u>pHinic.</u>	<u>pHfin.</u>	<u>[Co]ac.fin.</u>	<u>% R</u>
0.1	5%	7.19	5.45	4.85	3.0
0.1	10%	7.23	4.65	5.00	0.0
0.1	15%	7.03	4.22	5.00	0.0
0.1	20%	7.14	4.04	4.77	4.6

3.2.1.5.3 Discusión . El comportamiento con esta concentración de cobalto es similar al de cobalto 10 ppm, el pH disminuye en la misma proporción después de cada extracción.

E igual aquí no hay extracción en dos concentraciones de TOP (10% y 15%) y en las otras dos se obtiene un rendimiento muy bajo.

Se considera que a estas condiciones de pH no se tiene una buena extracción de cobalto con TOP.

3.2.1.6 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto de 9 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP para una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto de 9 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.1.6.1 Fase Acuosa: 2 ml de $Co(NO_3)_2$ 100 ppm + 17.1 ml de H_2O + 0.9 ml de NaOH (0.1 N).

3.2.1.6.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 20 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 20.

T A B L A 20

Vol. NaOH(ml)	[TOP]	pH _{inic.}	pH _{fin.}	[Co]ac. fin.	% R
0.9	5%	9.02	7.35	8.11	18.9
0.9	10%	9.04	6.41	7.99	22.1
0.9	15%	9.02	5.84	8.11	18.9
0.9	20%	9.08	5.22	8.75	12.5

3.2.1.6.3 Discusión . A estas condiciones de pH se incrementa la variación del mismo después de cada extracción hasta en 3.5 unidades aproximadamente.

El rendimiento de extracción aumenta con respecto a pH=7 aunque todavía es bajo alcanzando un máximo del 22% para TOP al 10%.

3.2.1.7 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto de 9 .

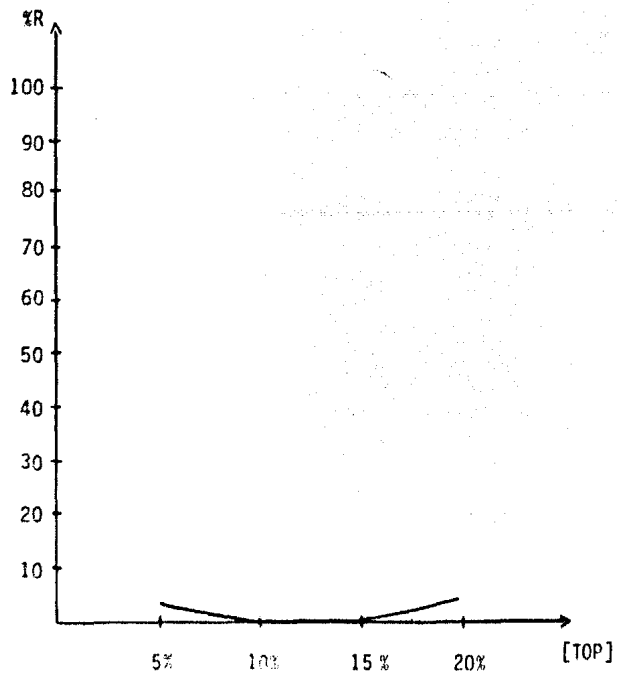
Para trazar la curva $\%$ de rendimiento en función de la concentración de TOP para una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto de 9 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.1.7.1 Fase Acuosa: 1 ml de $Co(NO_3)_2$ 100 ppm + 18.7 ml de H_2O + 0.3 ml de NaOH (0.1 N).

3.2.1.7.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 21 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 21

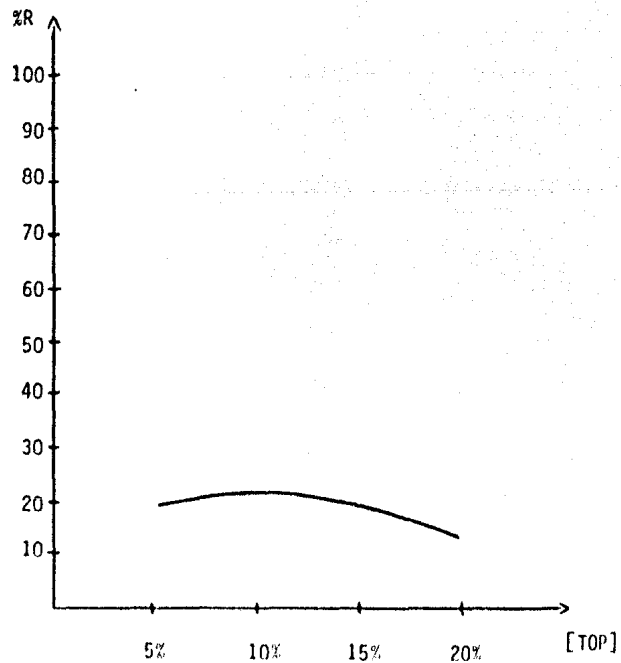
Gráfica # 19

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH=7)



Gráfica # 20

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH=9)



T A B L A 21

Vol. NaOH(ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
0.3	5%	9.13	6.38	4.48	10.4
0.3	10%	9.08	5.24	4.43	11.4
0.3	15%	9.08	4.65	4.33	13.4
0.3	20%	9.10	4.37	4.30	14.0

3.2.1.7.3 Discusión . Bajo estas condiciones de pH se observa una variación significativa de éste; disminuye de 3 a 4 unidades aproximadamente después de las extracciones.

Aquí el rendimiento todavía es bajo al igual que en el inciso anterior.

3.2.1.8 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto de 11 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto de 11 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.1.8.1 Fase Acuosa: 2 ml de $Co(NO_3)_2$ 100 ppm + 10.5 ml de H_2O + 7.5 ml de NaOH (0.1 N).

3.2.1.8.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 22 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 22.

T A B L A 22

Vol.NaOH(ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
7.5	5%	11.03	9.75	0.00	100.0
7.5	10%	11.05	8.15	0.47	95.3
7.5	15%	11.03	7.67	0.79	92.1
7.5	20%	10.95	7.43	0.32	96.8

3.2.1.8.3 Discusión . También hay disminución de pH después de la extracción, aunque dicha disminución es menor que para pH=9.

El rendimiento de extracción es muy bueno; se efectúa casi en su totalidad la extracción del cobalto para todas las concentraciones de TOP estudiadas.

3.2.1.9 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto de 11 .

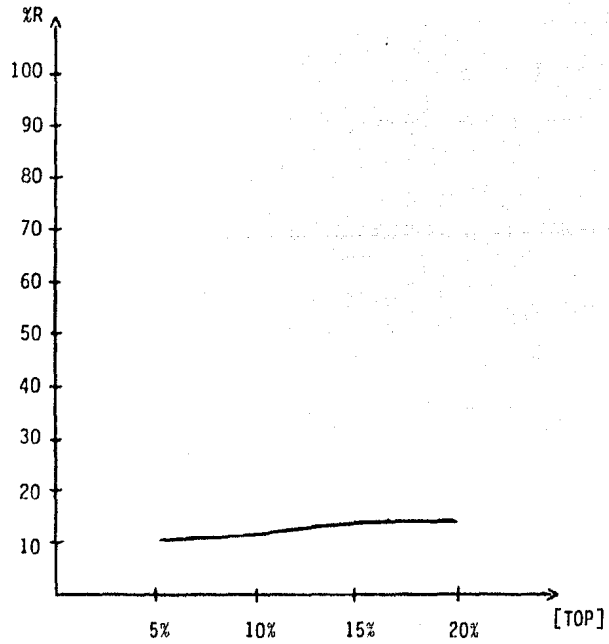
Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP de una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto de 11 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.1.9.1 Fase Acuosa: 1 ml de $Co(NO_3)_2$ 100 ppm + 19 ml de NaOH (0.1 N).

3.2.1.9.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 23 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 23 .

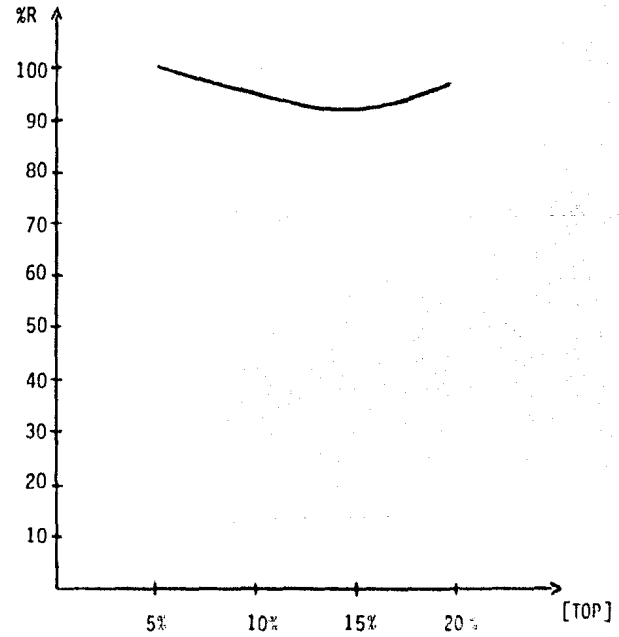
Gráfica # 21

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH=9)



Gráfica # 22

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH=11)



T A B L A 23

Vol. NaOH(mi)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
19.0	5%	10.85	10.74	0.00	100.0
19.0	10%	10.85	10.65	2.30	54.0
19.0	15%	10.86	10.58	3.44	31.2
19.0	20%	10.80	10.58	3.29	34.2

NOTA: Las cuatro extracciones forman emulsión en fase orgánica.

3.2.1.9.3 Discusión . A diferencia del inciso anterior, -- aquí la variación en el valor de pH es mínima; sólo disminuye decimas de -- unidad.

La única concentración de TOP donde se obtiene buena extracción es en -- la de 5%; en las otras, baja considerablemente el rendimiento.

La emulsión que se forma en fase orgánica después de la extracción en -- las cuatro concentraciones de TOP es muy difícil de separar.

3.2.2 Extracción de cobalto II a partir de CoSO_4 .

Este estudio se realizó de igual manera que para el $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, -- con los mismos procedimientos, utilizando el ácido correspondiente a la -- sal para fijar los valores de pH requeridos.

3.2.2.1 Trazo de la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ de cobalto 10 ppm a pH im-- puesto de 3 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la -- concentración de TOP de una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto de

3 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.2.1.1 Fase Acuosa: 2 ml de CoSO_4 100 ppm + 17.9 ml de H_2O + 0.1 ml de H_2SO_4 (0.1 N).

3.2.2.1.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 24 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ que se muestra en la gráfica # 24 .

T A B L A 24

Vol. H_2SO_4 (ml)	[TOP]	pH _{inic.}	pH _{fin.}	[Co]ac.fin.	% R
0.1	5%	3.25	3.25	6.73	32.7
0.1	10%	3.35	3.35	7.66	23.4
0.1	15%	3.35	3.25	6.65	33.5
0.1	20%	3.36	3.27	6.65	33.5

3.2.2.1.3 Discusión . No se observa variación alguna en el pH después de las extracciones.

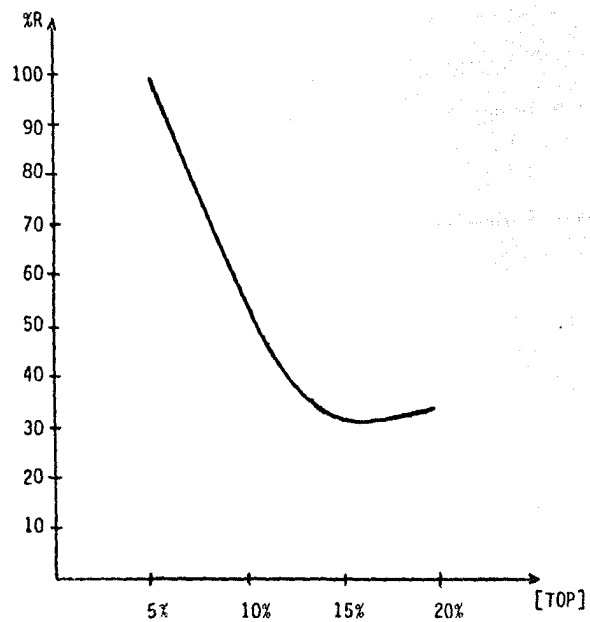
A pesar de que se tiene un pH muy ácido, se observa un rendimiento de extracción del 30% promedio para todas las concentraciones de TOP estudiadas.

3.2.2.2 Trazo de la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto de 3 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP para una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto de 3 se tienen las siguientes condiciones:

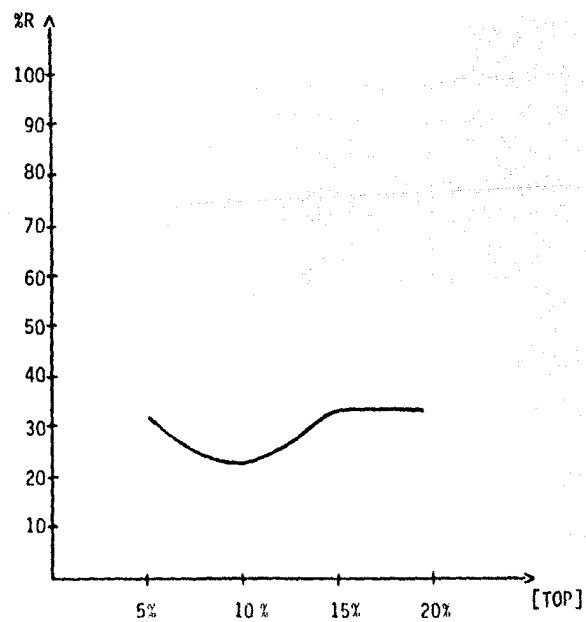
Gráfica # 23

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH=11)



Gráfica # 24

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH=3)



3.2.2.2.1 Fase Acuosa: 1 ml de CoSO_4 100 ppm + 18.2 ml de H_2O + 0.8 ml de H_2SO_4 (0.1 N).

3.2.2.2.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 25 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ que se muestra en la gráfica # 25.

T A B L A 25

Vol. H_2SO_4 (ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
0.8	5%	3.04	3.04	3.24	35.2
0.8	10%	3.03	3.03	3.06	38.8
0.8	15%	3.03	30.3	3.25	35.0
0.8	20%	3.03	3.03	3.25	35.0

3.2.2.2.3 Discusión . Esta serie de extracciones es similar a la del inciso anterior, aquí tampoco hay variación de los valores de pH después de las extracciones y se extrae alrededor del 35% del cobalto presente en fase acuosa.

3.2.2.3 Trazo de la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto de 5 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP para una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto de 5 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.2.3.1 Fase Acuosa: 2 ml de CoSO_4 100 ppm + 17.95 ml de H_2O + 0.05 ml de H_2SO_4 (0.01 N).

3.2.2.3.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 26 y a partir de ellos se traza la curva %R=f([TOP]) que se muestra en la gráfica # 26

T A B L A 26

Vol. H ₂ SO ₄ (ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
0.05	5%	5.03	4.86	5.51	44.9
0.05	10%	5.03	4.10	5.72	42.8
0.05	15%	5.06	3.95	5.80	42.0
0.05	20%	5.08	3.78	5.82	41.8

3.2.2.3.3 Discusión . Aquí ya se observa una variación en el valor de pH después de cada extracción (aproximadamente de una unidad para todas las concentraciones de TOP).

El rendimiento es casi igual para las cuatro concentraciones de TOP y es mayor con respecto a pH=3; se alcanza un 42% en promedio de rendimiento para extraer al cobalto.

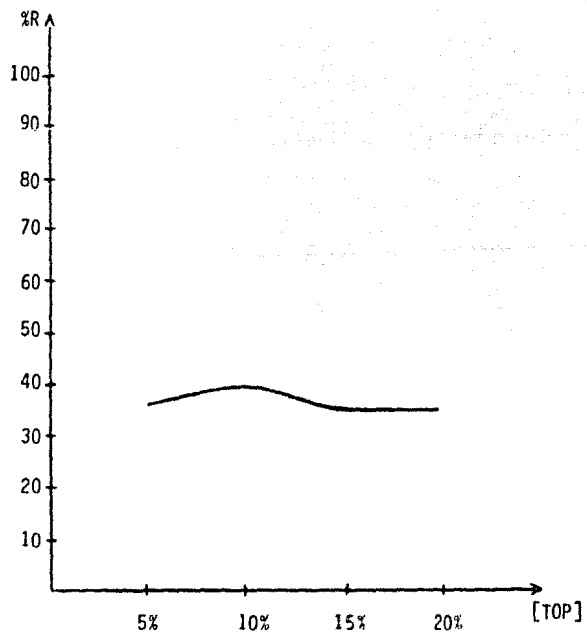
3.2.2.4 Trazo de la curva %R=f([TOP]) de cobalto 5 ppm a pH impuesto de 5 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP para una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto de 5 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.2.4.1 Fase Acuosa: 1 ml de CoSO₄ 100 ppm + 18.95 ml de H₂O + 0.05 ml de H₂SO₄ (0.01 N).

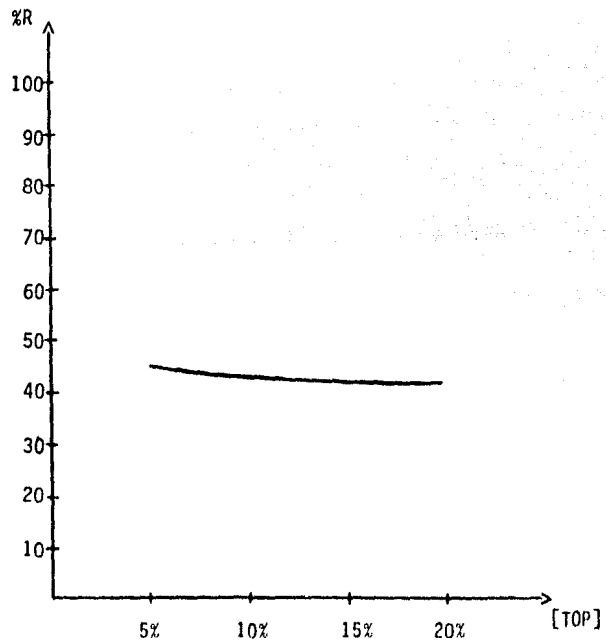
Gráfica # 25

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH=3)



Gráfica # 26

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH=5)



3.2.2.4.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 27 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 27 .

T A B L A 27

Vol. H_2SO_4 (ml)	[TOP]	pH _{inic.}	pH _{fin.}	[Co] _{ac.fin.}	% R
0.05	5%	5.12	4.75	2.58	48.4
0.05	10%	5.15	4.28	2.56	48.8
0.05	15%	5.05	4.22	2.58	48.4
0.05	20%	5.03	4.03	2.68	46.4

3.2.2.4.3 Discusión . Existe variación de los valores de pH después de cada extracción; éste disminuye desde 0.7 hasta 1.0 unidades.

El rendimiento de extracción es similar para las cuatro concentraciones de TOP estudiadas y es aproximadamente del 48%, un poco más alto que para $[Co]=10$ ppm.

Las dos series de extracciones bajo las condiciones de $pH=5$ son parecidas; se extrae casi la misma cantidad de cobalto y se observa casi la misma disminución en el pH.

3.2.2.5 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto de 7 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP para una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto de 7 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.2.5.1 Fase Acuosa: 2 ml de CoSO_4 100 ppm + 17.9 ml de H_2O + 0.1 ml de NaOH (0.1 N).

3.2.2.5.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 28 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ que se muestra en la gráfica # 28

T A B L A 28

Vol.NaOH(ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
0.1	5%	7.17	5.56	5.72	42.8
0.1	10%	7.22	4.56	6.03	39.7
0.1	15%	7.30	4.18	5.85	41.5
0.1	20%	7.27	4.13	6.01	39.9

3.2.2.5.3 Discusión . Aumenta la variación del pH después de cada extracción; disminuye hasta en tres unidades.

El rendimiento de extracción es muy parecido al del estudiado bajo las condiciones de pH=5, está cercano al 40% aproximadamente, para todas las concentraciones de TOP estudiadas.

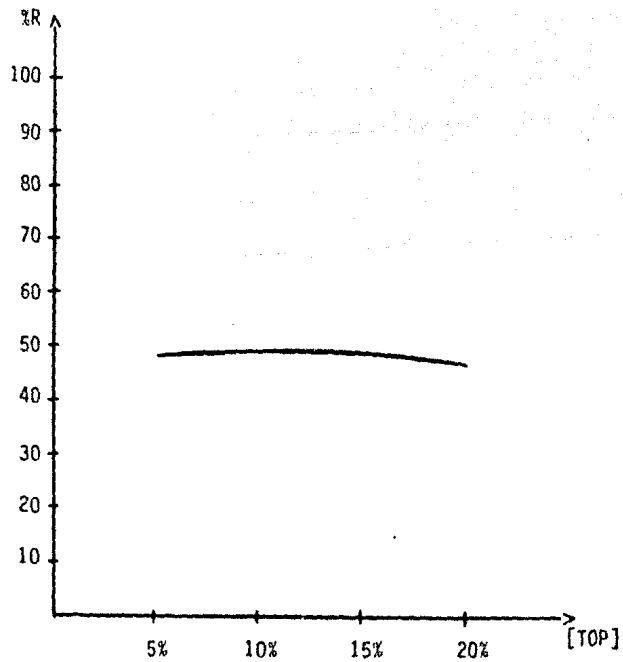
3.2.2.6 Trazo de la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto de 7 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP para una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto de 7 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.2.6.1 Fase Acuosa: 1 ml de CoSO_4 100 ppm + 18.95 ml de

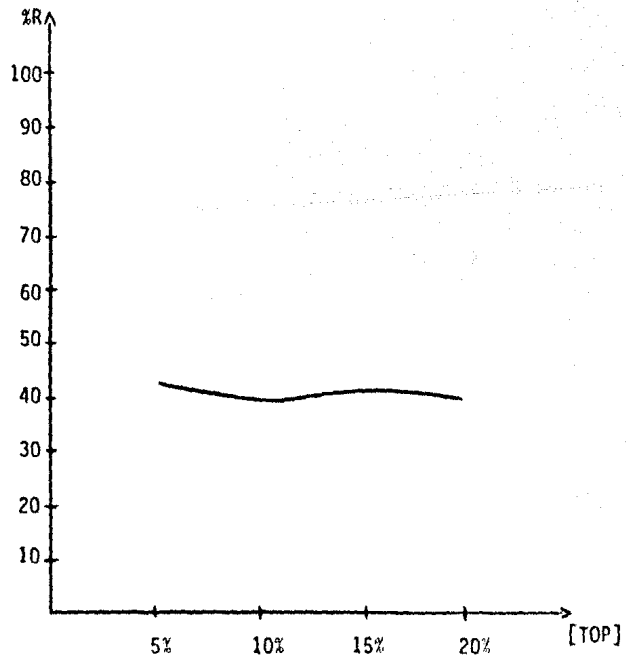
Gráfica # 27

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH=5)



Gráfica # 28

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH=7)



H₂O + 0.05 ml de NaOH (0.1 N).

3.2.2.6.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 29 y a partir de ellos se traza la curva %R=f([TOP]) que se muestra en la gráfica # 29.

T A B L A 29

Vol. NaOH(ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
0.05	5%	7.05	6.15	2.44	51.2
0.05	10%	7.00	4.49	2.68	46.4
0.05	15%	7.01	4.33	2.31	53.8
0.05	20%	7.11	4.10	2.50	50.0

3.2.2.6.3 Discusión . El comportamiento en la disminución del pH es muy similar al inciso anterior; llega a disminuir hasta 3 unidades. El rendimiento de extracción aumenta un poco con respecto a [Co]=10 ppm a excepción del TOP al 10%; se obtiene un rendimiento aproximado del 50%.

3.2.2.7 Trazo de la curva %R=f([TOP]) de cobalto 10 ppm a pH impuesto de 9 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP para una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto de 9 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.2.7.1 Fase Acuosa: 2 ml de CoSO₄ 100 ppm + 17.5 ml de H₂O + 0.5 ml de NaOH (0.1 N).

3.2.2.7.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 30 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 30.

T A B L A 30

Vol.NaOH(ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
0.5	5%	9.02	6.27	5.64	43.6
0.5	10%	9.04	5.70	5.95	40.5
0.5	15%	9.14	5.16	5.44	45.6
0.5	20%	9.17	4.95	5.95	40.5

3.2.2.7.3 Discusión . Se acentúa más la variación en el valor de pH después de cada extracción; disminuye hasta más de 4 unidades.

El rendimiento de extracción es casi el mismo que para los incisos anteriores (40% en promedio aproximadamente) y muy parecido para las cuatro concentraciones de TOP estudiadas.

3.2.2.8 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto de 9 .

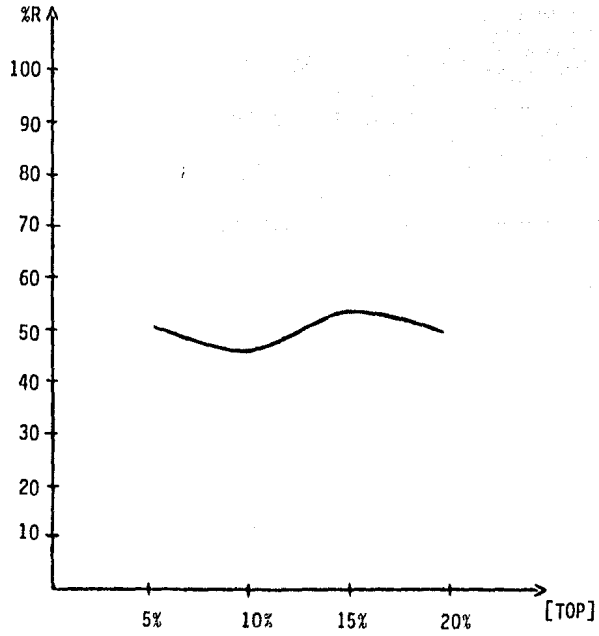
Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP para una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto de 9 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.2.8.1 Fase Acuosa: 1 ml de $CoSO_4$ 100 ppm + 18.85 ml de H_2O + 0.15 ml de NaOH (0.1 N).

3.2.2.8.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presen-

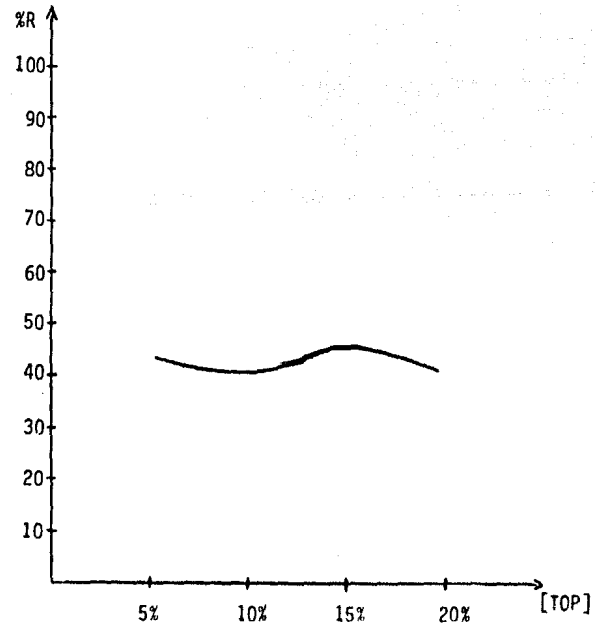
Gráfica # 29

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH=7)



Gráfica # 30

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH=9)



tan en la tabla 31 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 31.

T A B L A 31

<u>Vol.NaOH(ml)</u>	<u>[TOP]</u>	<u>pHinic.</u>	<u>pHfin.</u>	<u>[Co]ac.fin.</u>	<u>% R</u>
0.15	5%	9.09	5.76	2.29	54.2
0.15	10%	9.14	4.65	2.34	53.2
0.15	15%	9.12	4.53	2.50	50.0
0.15	20%	9.19	4.24	2.43	51.4

3.2.2.8.3 Discusión . En este caso el valor de pH disminuye de 4 a 5 unidades; es decir la variación es mayor que para todos los casos anteriores. El rendimiento de extracción aquí rebasa el 50%, lo que significa el rendimiento más alto hasta este momento para la extracción de cobalto a partir de $CoSO_4$.

Las cuatro concentraciones de TOP siguen extrayendo en forma similar al cobalto para este caso del $CoSO_4$.

3.2.2.9 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 10 ppm a pH impuesto de 11 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la concentración de TOP para una solución de cobalto 10 ppm a un pH impuesto de 11 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.2.9.1 Fase Acuosa: 2 ml de $CoSO_4$ 100 ppm + 17.95 ml de H_2O + 0.05 ml de NaOH (1 N).

3.2.2.9.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 32 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([TOP])$ que se muestra en la gráfica # 32.

T A B L A 32

<u>Vol.NaOH(ml)</u>	<u>[TOP]</u>	<u>pHinic.</u>	<u>pHfin.</u>	<u>[Co]ac.fin.</u>	<u>% R</u>
0.05	5%	11.41	10.66	0.00	100.0
0.05	10%	11.37	7.82	0.64	93.6
0.05	15%	11.37	7.20	1.45	85.5
0.05	20%	11.42	7.14	1.24	87.6

NOTA: Las cuatro extracciones forman emulsión en fase orgánica.

3.2.2.9.3 Discusión . Para TOP al 15% el pH sólo disminuye 0.75 unidades y se obtiene un rendimiento del 100%; para las otras concentraciones de TOP el valor de pH disminuye considerablemente (hasta en 4 unidades aproximadamente) y se obtiene un rendimiento un poco más bajo (90% en promedio).

Se observa un gran aumento en el rendimiento de extracción bajo estas condiciones de pH con respecto a los otros valores de pH estudiados.

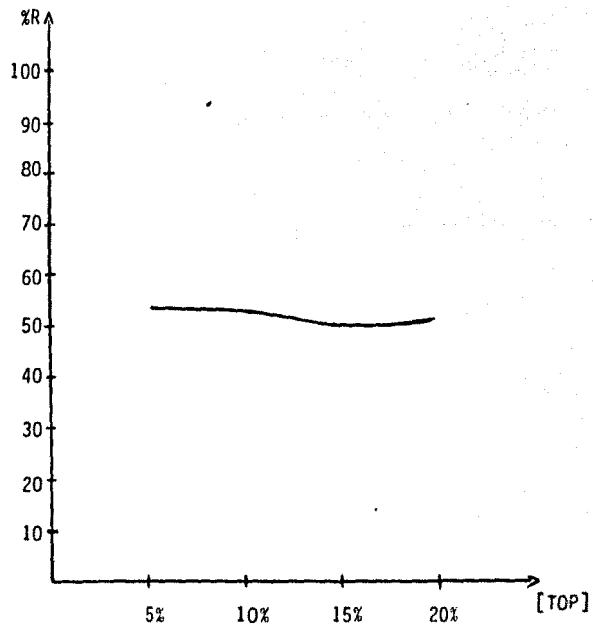
La emulsión que forman estas extracciones en fase orgánica es difícil de separar con simple reposo en el embudo.

3.2.2.10 Trazo de la curva $\%R=f([TOP])$ de cobalto 5 ppm a pH impuesto de 11 .

Para trazar la curva % de rendimiento en función de la

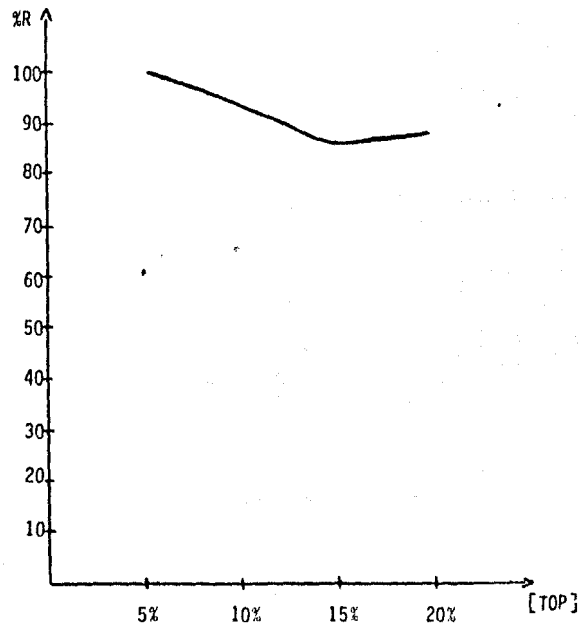
Gráfica # 31

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH=9)



Gráfica # 32

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a pH=11)



concentración de TOP para una solución de cobalto 5 ppm a un pH impuesto de 11 se tienen las siguientes condiciones:

3.2.2.10.1 Fase Acuosa: 1 ml de CoSO_4 100 ppm + 18 ml de H_2O + 1 ml de NaOH (1 N).

3.2.2.10.2 Resultados . Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 33 y a partir de ellos se traza la curva $\%R=f([\text{TOP}])$ que se muestra en la gráfica # 33.

T A B L A 33

Vol.NaOH(ml)	[TOP]	pHinic.	pHfin.	[Co]ac.fin.	% R
1.0	5%	11.01	6.85	0.01	99.8
1.0	10%	11.04	6.26	0.03	99.4
1.0	15%	11.03	6.02	1.81	63.8
1.0	20%	11.03	5.80	2.12	57.6

NOTA: Las cuatro extracciones forman emulsión en fase orgánica.

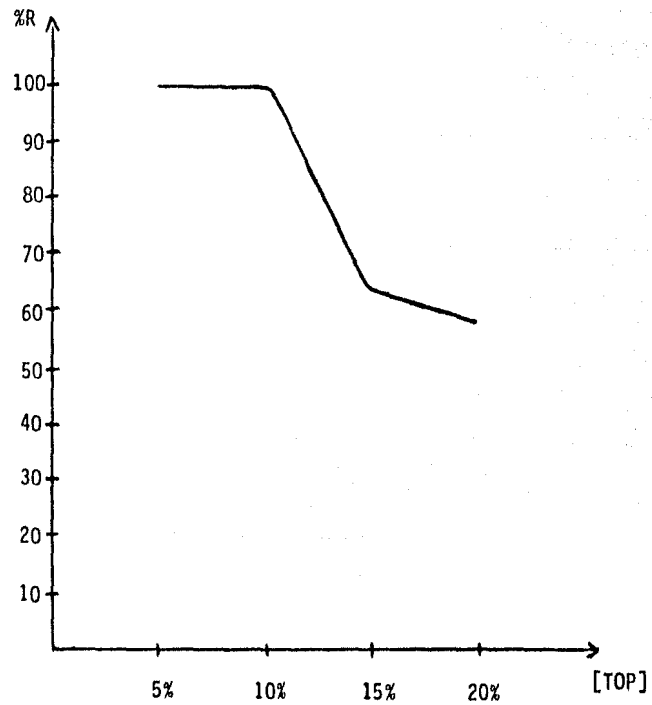
3.2.2.10.3 Discusión . En este caso es en donde se ha observado mayor disminución en el valor de pH; esta disminución está entre 4.06 y 5.23 unidades.

Se obtiene buen rendimiento para las concentraciones de TOP del 5% y 10%, para las otras dos, el rendimiento baja bastante.

La fase orgánica en las cuatro extracciones queda completamente emulsinada sin que desaparezca dicha emulsión a pesar de dejarla reposando durante 24 horas.

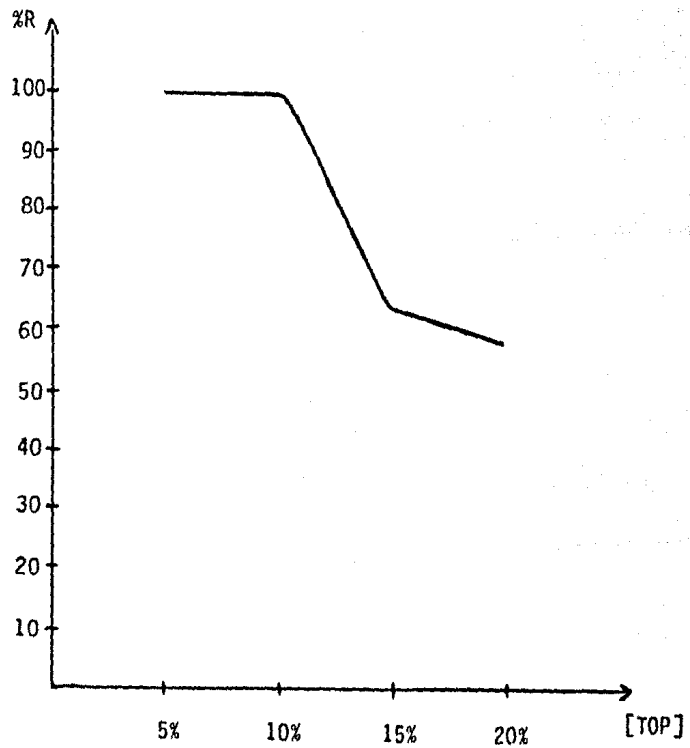
Gráfica # 33

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH=11)



Gráfica # 33

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 5 ppm a pH=11)



3.3 Trazo de las curvas $\%R=f([TOP])$ de cobalto 10 ppm a pH de equilibrio tamponado.

De los resultados obtenidos en las tablas 3, 7 y 8 y sus gráficas correspondientes, se puede observar una gran variación en el rendimiento de extracción con respecto a las concentraciones de TOP estudiadas, con lo cual no se puede tener la seguridad que a los valores de pH entre 5 y 8 el factor que determina el rendimiento de extracción sea el pH; por ello se decidió repetir estas series de extracción tamponando el pH de equilibrio, es decir el pH final después de la extracción para comprobar si el factor determinante en el rendimiento de extracción es el pH.

Se efectuaron 3 series de extracciones de cobalto II de 10 ppm (a partir de $CoCl_2$), tamponando a valores de pH finales de 5, 7 y 8. Las extracciones se realizaron exactamente igual que todas las anteriores sólo que al final de la extracción, se tamponó el pH de la solución acuosa hasta el valor requerido con NaOH (0.01 N).

3.3.1 Curva $\%R=f([TOP])$ con cobalto 10 ppm a pH de equilibrio de 5.

Los resultados de obtenidos se presentan en la tabla 34 y a partir de ellos se traza la gráfica # 34

T A B L A 34

<u>[TOP]</u>	<u>pHinic.</u>	<u>pHequil.</u>	<u>[Co]ac.fin.</u>	<u>% R</u>
5%	5.34	5.08	7.61	23.9
10%	5.34	5.21	7.40	26.0
15%	5.26	5.06	7.25	27.5
20%	5.35	5.16	7.24	27.6

3.3.2 Curva %R=f([TOP]) con cobalto 10 ppm a pH de equilibrio de 7.

Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 35 y a partir de ellos se traza la gráfica # 35

T A B L A 35

<u>[TOP]</u>	<u>pHinic.</u>	<u>pHequil.</u>	<u>[Co]ac.fin.</u>	<u>% R</u>
5%	7.31	7.05	7.15	28.5
10%	7.55	7.03	7.01	29.9
15%	7.32	7.07	6.99	30.1
20%	7.33	7.00	6.40	36.0

3.3.3 Curva %R=f([TOP]) con cobalto 10 ppm a pH de equilibrio de 8.

Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 35 y a partir de ellos se traza la gráfica # 36

T A B L A 36

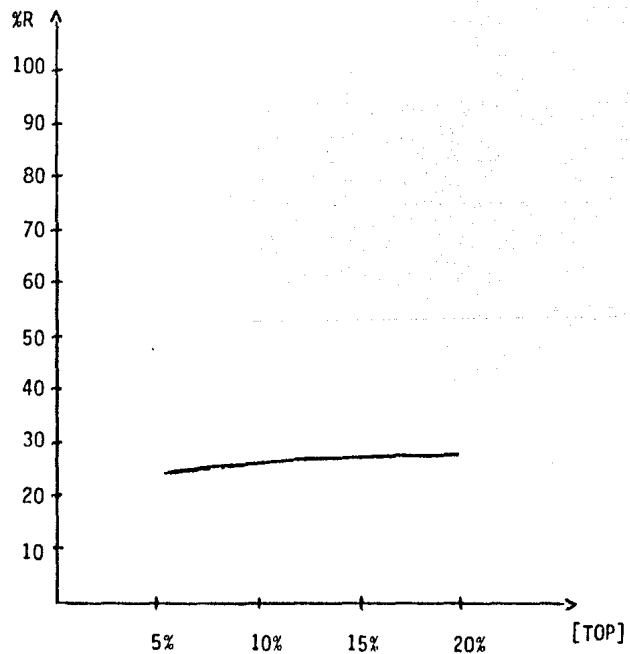
<u>[TOP]</u>	<u>pHinic.</u>	<u>pHequil.</u>	<u>[Co]ac.fin.</u>	<u>% R</u>
5%	8.03	8.04	6.43	35.7
10%	8.05	8.04	6.06	39.4
15%	8.00	8.02	6.26	37.4
20%	8.00	8.07	5.91	40.8

DISCUSION . Se puede observar que conforme aumenta el pH, aumenta también el rendimiento de extracción y que éste es muy similar para las cuatro con concentraciones de TOP estudiadas en cada caso.

Con esto se comprueba que el pH es un factor determinante en el rendimiento de la extracción de cobalto II con fosfato de trioctilo (TOP).

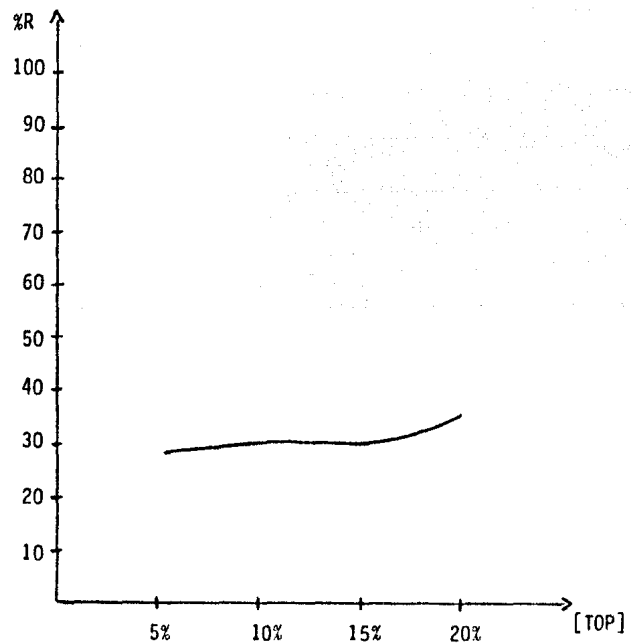
Gráfica # 34

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a $pH_{eq.}=5$)



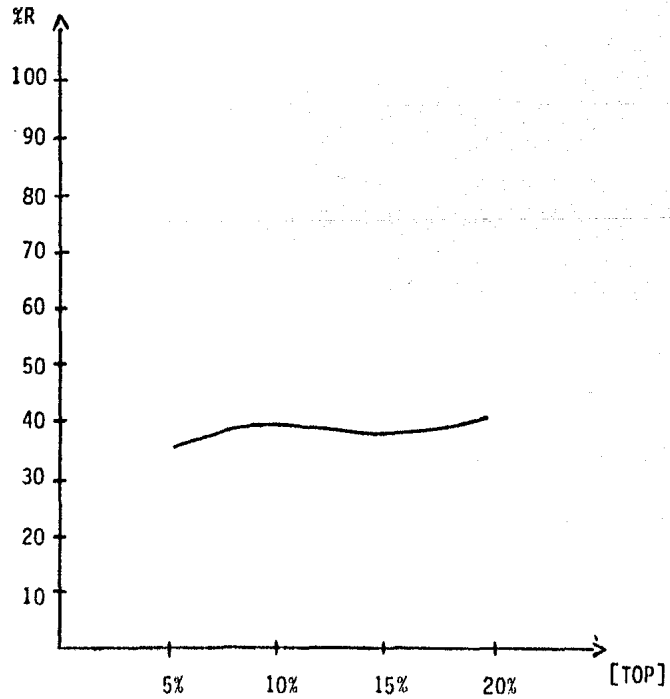
Gráfica # 35

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a $pH_{eq.}=7$)



Gráfica # 36

$\%R=f([TOP])$ (cobalto 10 ppm a $pH_{eq.}=8$)



3.4 Valoración del fosfato de trioctilo (TOP) .

Con el fin de explicar el comportamiento del TOP en la extracción de cobalto II se efectuaron cuatro valoraciones de él (una para cada concentración estudiada).

3.4.1 Procedimiento . Se colocaron en cada embudo de separación, soluciones de TOP en hexano al 5%, 10%, 15% y 20% adicionandose después 20 ml de solución acuosa de concentración variable de HCl ó NaOH para ajustar el pH; el pH de la solución acuosa se midió previamente en un potenciómetro - Corning 12 de escala expandida, enseguida se agitaron los embudos durante 5 minutos aproximadamente para permitir el contacto de las dos fases, se dejaron reposar hasta la separación de las mismas y por último se midió nuevamente el pH de la fase acuosa.

3.4.2 Resultados . Los resultados se presentan en las tablas 37 a 40 mostrandose también las curvas de valoración correspondientes.

3.4.2.1 Valoración de TOP al 5% en hexano.

T A B L A 37

<u>Vol.HCl(ml)</u>	<u>pHinicial</u>	<u>pHfinal</u>
5.0	2.44	2.44
0.5	3.47	3.47
0.1	4.44	4.33
0.08	5.20	4.42
0.0	7.57	5.61

T A B L A 37

(continuación)

<u>Vol.NaOH(ml)</u>	<u>pHinicial</u>	<u>pHfinal</u>
0.2	9.05	6.12
0.7	10.00	6.65
2.0	11.23	7.65
3.0	11.35	9.35
4.0	11.57	10.35
5.0	11.71	10.93
6.0	11.81	11.34
7.0	11.94	11.59

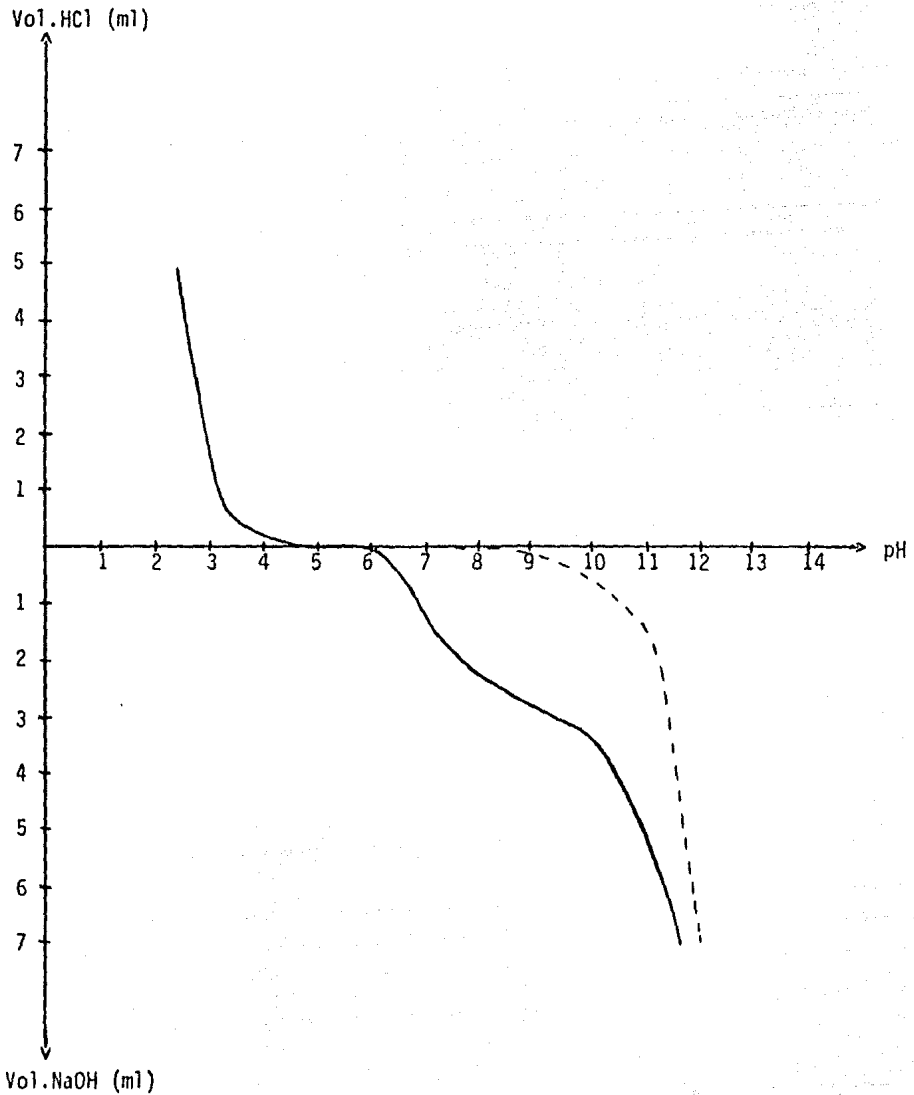
3.4.2.2 Valoración de TOP al 10% en hexano.

T A B L A 38

<u>Vol.HCl(ml)</u>	<u>pHinicial</u>	<u>pHfinal</u>
4.5	2.44	2.40
2.0	2.75	2.75
0.5	3.36	3.29
0.05	4.27	3.93
0.0	6.38	4.42
<u>Vol.NaOH(ml)</u>	-----	
0.1	7.49	5.36
0.6	9.50	6.49
2.1	11.05	7.05

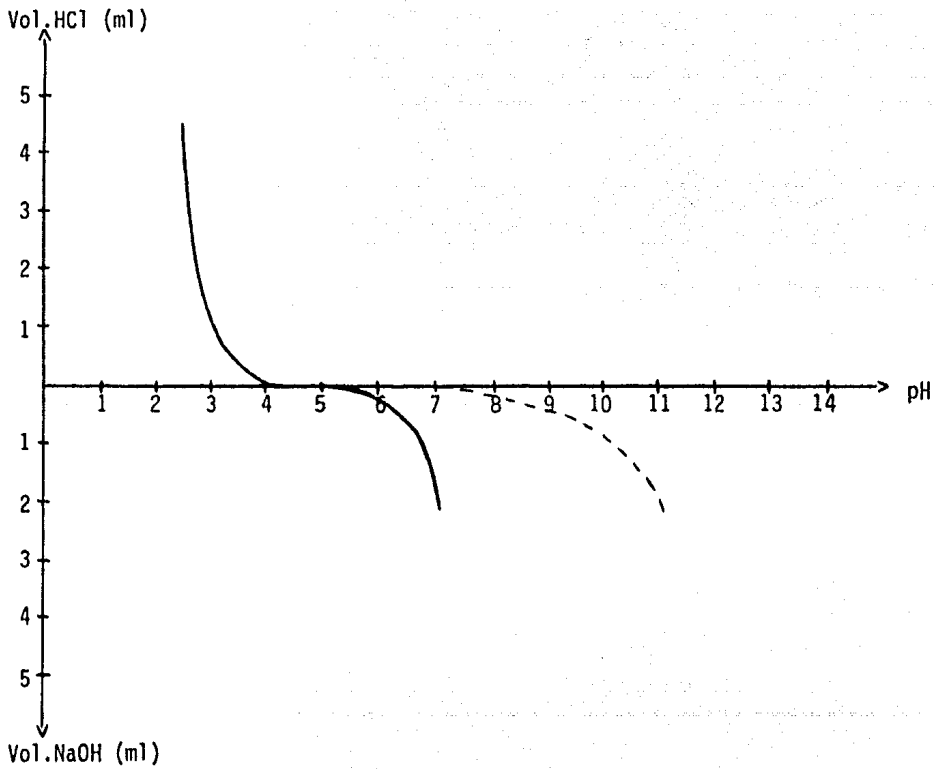
Gráfica # 37

CURVA DE VALORACION DE TOP AL 5% EN HEXANO



Gráfica # 38

CURVA DE VALORACION DE TOP AL 10% EN HEXANO



3.4.2.3 Valoración de TOP al 15% en hexano.

T A B L A 39

<u>Vol.HCl(ml)</u>	<u>pHinicial</u>	<u>pHfinal</u>
5.0	2.36	2.35
0.5	3.38	3.32
0.05	5.29	4.03
0.0	7.13	4.33
Vol.NaOH(ml)	-----	
0.2	9.46	5.48
1.6	11.15	6.56

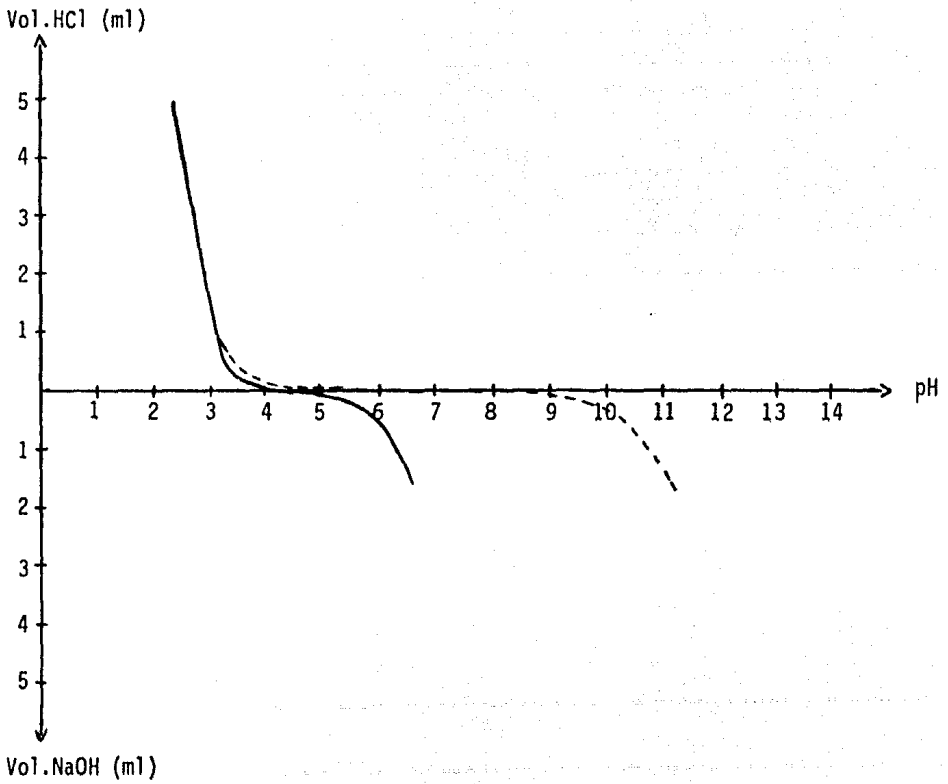
3.4.2.4 Valoración de TOP al 20% en hexano.

T A B L A 40

<u>Vol.HCl(ml)</u>	<u>pHinicial</u>	<u>pHfinal</u>
5.0	2.39	2.39
0.5	3.38	3.32
0.05	5.09	3.88
0.0	6.76	4.08
Vol.NaOH(ml)	-----	
0.3	9.44	5.44
1.8	11.00	6.33

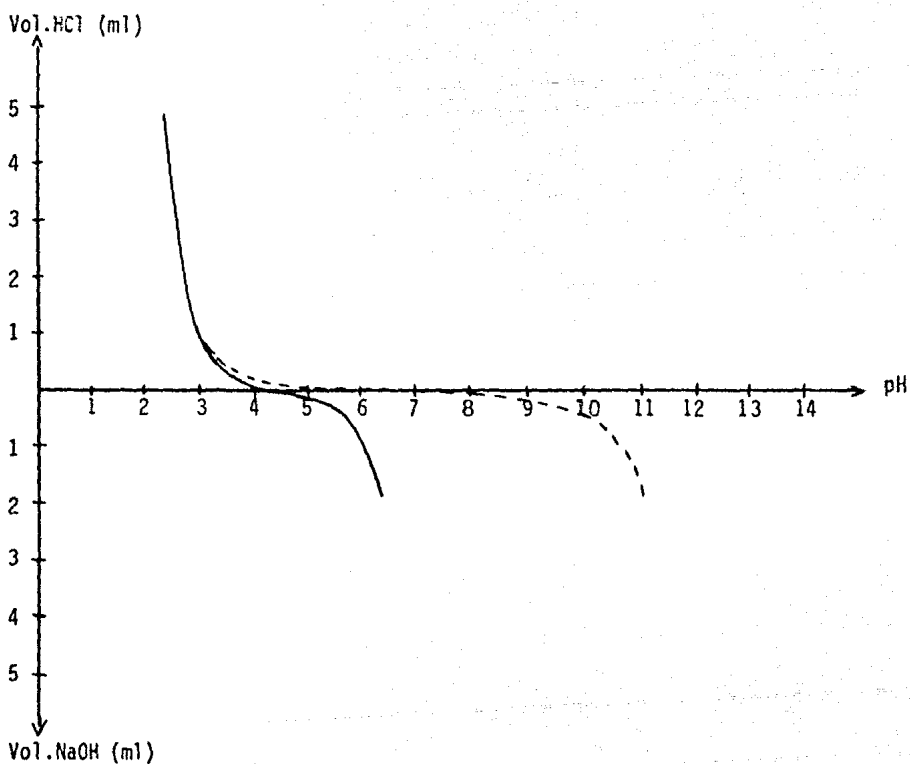
Gráfica # 39

CURVA DE VALORACION DE TOP AL 15% EN HEXANO



Gráfica # 40

CURVA DE VALORACION DE TOP AL 20% EN HEXANO



C A P I T U L O I V

C O N C L U S I O N E S

Con base en los resultados de las tablas 1 a 14 y las gráficas correspondientes se puede concluir que para el CoCl_2 :

- 1) El intervalo de pH en donde se obtiene mayor rendimiento de extracción de cobalto II es entre 11 y 12.
- 2) La concentración óptima de TOP para tal extracción es al 15% para los valores de pH de 7, 8 y 9.

Con base en los resultados de las tablas 15 a 23 y sus gráficas correspondientes se puede concluir que para el $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$:

- 1) El intervalo óptimo de pH para la extracción de cobalto II está entre 11 y 12 para todas las concentraciones utilizadas de TOP.
- 2) La concentración óptima de TOP para tal extracción se pudo observar en las soluciones al 5% y al 10%.

Con base en los resultados de las tablas 24 a 33 y las gráficas correspondientes se puede concluir que para el CoSO_4 :

- 1) Al igual que en los casos anteriores, el intervalo óptimo de pH para la extracción de cobalto II es entre 11 y 12.
- 2) Las concentraciones de TOP más favorables para la extracción fueron las de 5% y 10%.

Comparando los resultados de las tres sales de cobalto estudiadas se puede concluir que las condiciones más favorables de extracción para cobalto II con solución de TOP en hexano son :

- 1) Un valor de pH entre 11 y 12.
- 2) Concentraciones de TOP en hexano al 5% y/o 10%.
- 3) La sal que favorece la extracción es el CoSO_4 por presentar mayor rendimiento de extracción con respecto a todos los valores de pH -- probados (de 3 a 12) y por obtener un menor costo debido a que se utilizan concentraciones bajas de TOP.

Con base en los resultados y al comportamiento observado en la fase orgánica después de cada extracción se concluye que el rendimiento de extracción es directamente proporcional a la variación del pH después de ésta y también a la formación de emulsión en fase orgánica.

Con base en los resultados de las tablas 34 a 36 y sus gráficas correspondientes se puede concluir que:

- 1) La extracción de cobalto II con TOP en hexano está en función del pH; el rendimiento de la misma depende directamente del pH al que se efectúe la extracción, siendo el óptimo entre 11 y 12.

A partir de las curvas de valoración de TOP se puede concluir que podría existir una posible degradación del TOP desde valores ácidos de pH (a partir de $\text{pH}=3$ aproximadamente).

La presencia de iones H^+ degrada al TOP y deja libres fosfatos que al reaccionar con H^+ pueden formar el ácido fosfórico y por lo tanto las curvas de valoración que se presentan podrían ser las del ácido formado. De manera indirecta se podría saber la cantidad de TOP degradado.

Finalmente, para obtener un conocimiento real y concreto del comportamiento del TOP en extracciones, se recomienda realizar un estudio más profundo y exhaustivo de él, abarcando todos los valores de pH y realizando pruebas de identificación para tener seguridad de la degradación.

BIBLIOGRAFIA

- (1) Alvarez, Sánchez Javier U., y Luis A. Hernández Lua; "Estudio de los procesos industriales de recuperación de cobalto"; tesis de licenciatura, Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán UNAM, 1985; pp. 1-8.
- (2) Vázquez, Lara Juana Y., y Porfirio A. Herrera Alvarez; "Estudio de sistemas de extracción de cobalto II"; tesis de licenciatura, Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán UNAM, 1984.
- (3) Kirk-Othmers; "Enciclopedia de tecnología química"; UTEH Vol.IV 1a.ed.
- (4) Kirk, W.S.; U.S. Bureau of mines, Cobalt, 1983.
- (5) Kirk-Othmers; "Enciclopedia de tecnología química"; UTEH Vol.VIII 1a. ed. p. 553.
- (6) Fieser, F.L., & Mary Fieser; "Reagents for Organic Synthesis"; John - Wiley & Sons, Inc.; New York 1967; pp. 876-877.
- (7) Ternay, L. Andrew, Jr.; "Contemporary Organic Chemistry"; Saunders -- Golden Sunburst series. second edition; Philadelphia,USA 1979 pp.1038-1045.
- (8) Watanable, M. & S. Nishimura; "Treatment of spent acid iron ion-containing pickling solutions", Japan Appl., 75, 31(1975) 55 pp.
- (9) Watanable, M. y S. Nishimura; "Recovering mineral acids and organic acids from waste acids by extraction with alkyl phosphate", Japan Appl. 74, 126 (1974) 6 pp.
- (10) Nishimura, S y Ch. Watanable; "Metal separation and recovery" Japan -- Appl. 76, 31 (1976) 12 pp.
- (11) Treybal, E. Robert; "Extracción en fase líquida"; UTEHA, México (1968)

1a. ed.

- (12) "Métodos de separación selectivos utilizados en análisis mineral" Di
visión de Estudios Superiores. Facultad de Química, UNAM.
- (13) "Manual de espectrofotometría de absorción atómica". Servicios cen--
trales de instrumentación y laboratorios A.C.