

**Universidad  
Europea de Madrid**

**LAUREATE** INTERNATIONAL UNIVERSITIES

**UNIVERSIDAD EUROPEA DE MADRID**

**ESCUELA POLITÉCNICA**

**ÁREA DE INGENIERÍA INDUSTRIAL**

**GRADO EN INGENIERÍA MECÁNICA**

**PROYECTO FIN DE GRADO**

**ESTUDIO DEL SISTEMA DE CAMBIO IÓNICO:**

**INDIO (III) - LEWATIT K-2621**

**Alumno: ADRIÁN LÓPEZ DÍAZ-PAVÓN**

**Directores: Dra. ARISBEL CERPA NARANJO**

**Dr. FRANCISCO JOSÉ ALGUACIL PRIEGO**

**JUNIO DE 2013**

## **RESUMEN**

En el presente proyecto fin de carrera se estudia la aplicación de la tecnología de intercambio iónico en la recuperación de un metal pesado, como es el indio, en un efluente líquido.

Dado que los metales pesados son considerados como contaminantes tóxicos que pueden ser liberados al medio ambiente por varias actividades de origen antropogénico, su retirada constituye un reto o desafío medioambiental necesario en la actualidad.

Existen multitud de métodos disponibles para la retirada de estos metales de efluentes líquidos: Precipitación química, coagulación, extracción con disolventes, procesos de membrana..., siendo el método de intercambio iónico uno de los más populares, ya que esta tecnología ofrece una atractiva alternativa debido a su posibilidad de manejo de grandes volúmenes de solución con contenidos medios-bajos en solutos tóxicos. Incluso se prefiere el proceso de intercambio iónico a la extracción líquido-líquido debido a la facilidad de operación y ausencia de impurezas orgánicas.

Para realizar estos estudios de eliminación de Indio se ha elegido la resina LEWATIT K-2621, como la más adecuada teniendo en cuenta las características de nuestros efluentes. A lo largo del proceso hemos ido realizando diversas modificaciones en aquellas variables que en principio podían afectar a este proceso como pueden ser: La velocidad de agitación, la cantidad de resina empleada tanto a concentraciones de 0,1M como de 0,5M de ácido clorhídrico, la concentración inicial de indio en la disolución y la selectividad entre el indio y otros metales.

Para el estudio de las mencionadas influencias los experimentos se han llevado a cabo en discontinuo.



La etapa final fue realizar el estudio del proceso de elución del indio una vez adsorbido por la resina, para evaluar cuál era el eluyente más eficaz que permitió la recuperación del indio para su posterior eliminación o eventual reciclado para su uso en otras aplicaciones.

## **ABSTRACT**

In this final project we study the application of ion exchange technology in the recovery of a heavy metal, like the indium, in a liquid effluent.

Heavy metals are considered toxic pollutants that can be released into the environment from various anthropogenic activities, so its removal is a necessary and an environmental challenge today.

There are many available methods for the removal of these metals from liquid effluents: Chemical precipitation, coagulation, solvent extraction, membrane processes ..., being the ion exchange method one of the most popular, as this technology offers an attractive alternative because of its ability to handle large volumes of media content solution with low solute-toxic. Ion exchange process is preferred to the liquid-liquid extraction due to the ease of operation and the absence of organic impurities.

To perform these studies of indium removal, resin LEWATIT K-2621 was chosen taking into account the characteristics of our fluids to treat. Throughout the process we have made several changes in those variables that are potentially affect this process such as: The stirring speed, the amount of resin used at concentrations of 0.1M and 0.5M of hydrochloric acid, the initial concentration of indium in the solution and the selectivity between indium and other metals.

To study the influences mentioned experiments were carried out batch wise.

The last step was the study of the Indium elution process after being absorbed by the resin, to find out the most effective eluant which allowed the recovery of indium for disposal or recycling and then being used in other applications.

## ÍNDICE

<b>Capítulo 1: Objetivo y Alcance</b>	<b>1</b>
<b>Capítulo 2: Introducción</b>	<b>3</b>
2.1 El Indio	3
2.2 Usos del Indio	4
2.2.1 Principal uso actualmente del indio	4
2.3 Efectos tóxicos y perjudiciales del indio	6
2.4 Recuperación del indio de efluentes industriales mediante intercambio iónico	7
2.4.1 Nociones básicas sobre el intercambio iónico	7
2.4.1.1 Tipos de resinas de intercambio	10
2.4.1.2 Propiedades de las resinas	11
2.4.1.3 Cinética del proceso de intercambio	12
2.5 Otras tecnologías habituales en la recuperación de indio de efluentes industriales	13
<b>Capítulo 3: Materiales</b>	<b>14</b>
3.1 Equipo	14
3.1.1 Equipos de agitación	15
3.1.2 Tacómetro	15
3.1.3 Matraz aforado	16
3.1.4 Vaso de vidrio	17
3.1.5 Vidrio de reloj	17
3.1.6 Balanza analítica de precisión Mettler AE200	18
3.1.7 Pipetas "Finnpipette"/"Eppendorf"	19
3.1.8 Resina Lewatit K-2621	19
3.1.9 Espectrómetro Perkin Elmer 1100B	20
<b>Capítulo 4: Metodología</b>	<b>21</b>
4.1 Ensayos en discontinuo	22
4.2 Ensayos de elución	23

<b>Capítulo 5: Resultados</b>	<b>25</b>
5.1 Ensayos en discontinuo	25
5.1.1 Influencia de la velocidad de agitación	25
5.1.2 Influencia de la cantidad de resina	27
5.1.2.1 Primer estudio	27
5.1.2.2 Segundo estudio	29
5.1.3 Influencia de la concentración de indio en la disolución	31
5.1.4 Isoterma de adsorción	33
5.1.5 Mecanismos de adsorción	34
5.1.5.1 Variación de la cantidad de resina con una concentración de 0,1M de ácido clorhídrico	35
5.1.5.2 Variación de la cantidad de resina con una concentración de 0,5M de ácido clorhídrico	49
5.1.5.3 Variación de la concentración de indio en la disolución	53
5.1.6 Estudio de la selectividad Indio / Hierro (III)	65
5.1.7 Estudio de la selectividad Indio / Cobre (II)	68
5.1.8 Estudio de la selectividad Indio / Zinc (II)	70
5.2 Elución del indio adsorbido por la resina	72
5.2.1 Selección de la concentración de ácido clorhídrico	73
5.2.2 Selección del volumen de eluyente	74
<b>Capítulo 6: Conclusiones</b>	<b>77</b>
<b>Capítulo 7: Bibliografía</b>	<b>78</b>
<b>Capítulo 8: Presupuesto</b>	<b>82</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1:</b> Influencia de la velocidad de agitación en la adsorción del indio _____	25
<b>Tabla 2:</b> Influencia de la cantidad de resina empleada en la adsorción del indio _____	27
<b>Tabla 3:</b> Opciones para la seleccionar cantidad de resina empleada con 0,1M HCl _____	29
<b>Tabla 4:</b> Influencia de la cantidad de resina empleada en la adsorción del indio _____	30
<b>Tabla 5:</b> Opciones para la seleccionar cantidad de resina empleada con 0,5M HCl _____	31
<b>Tabla 6:</b> Influencia de la concentración de indio en la disolución _____	32
<b>Tabla 7:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,05 gr de resina y 0,1M HCl _____	35
<b>Tabla 8:</b> Proceso de difusión en poro para 0,05 gr de resina y 0,1M HCl _____	36
<b>Tabla 9:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,05 gr de resina y 0,1M HCl _____	37
<b>Tabla 10:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,1 gr de resina y 0,1M HCl _____	39
<b>Tabla 11:</b> Proceso de difusión en poro para 0,1 gr de resina y 0,1M HCl _____	40
<b>Tabla 12:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,1 gr de resina y 0,1M HCl _____	41
<b>Tabla 13:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,25 gr de resina y 0,1M HCl _____	42
<b>Tabla 14:</b> Proceso de difusión en poro para 0,25 gr de resina y 0,1M HCl _____	43
<b>Tabla 15:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,25 gr de resina y 0,1M HCl _____	44
<b>Tabla 16:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,5 gr de resina y 0,1M HCl _____	46
<b>Tabla 17:</b> Proceso de difusión en poro para 0,5 gr de resina y 0,1M HCl _____	47
<b>Tabla 18:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,5 gr de resina y 0,1M HCl _____	48
<b>Tabla 19:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,1 gr de resina y 0,5M HCl _____	49
<b>Tabla 20:</b> Proceso de difusión en poro para 0,1 gr de resina y 0,5M HCl _____	50
<b>Tabla 21:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,1 gr de resina y 0,5M HCl _____	51
<b>Tabla 22:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,01 g/L de indio y 0,1M HCl _____	53
<b>Tabla 23:</b> Proceso de difusión en poro para 0,01 g/L de indio y 0,1M HCl _____	54
<b>Tabla 24:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,01 g/L de indio y 0,1M HCl _____	55
<b>Tabla 25:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,05 g/L de indio y 0,1M HCl _____	56
<b>Tabla 26:</b> Proceso de difusión en poro para 0,05 g/L de indio y 0,1M HCl _____	57
<b>Tabla 27:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,05 g/L de indio y 0,1M HCl _____	58

<b>Tabla 28:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,1 g/L de indio y 0,1M HCl	59
<b>Tabla 29:</b> Proceso de difusión en poro para 0,1 g/L de indio y 0,1M HCl	60
<b>Tabla 30:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,1 g/L de indio y 0,1M HCl	61
<b>Tabla 31:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,25 g/L de indio y 0,1M HCl	62
<b>Tabla 32:</b> Proceso de difusión en poro para 0,25 g/L de indio y 0,1M HCl	63
<b>Tabla 33:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,25 g/L de indio y 0,1M HCl	64
<b>Tabla 34:</b> Estudio de la selectividad Indio / Hierro	66
<b>Tabla 35:</b> Coeficientes de distribución In / Fe	67
<b>Tabla 36:</b> Estudio de la selectividad Indio / Cobre	68
<b>Tabla 37:</b> Coeficientes de distribución In / Cu	70
<b>Tabla 38:</b> Estudio de la selectividad Indio / Zinc	71
<b>Tabla 39:</b> Coeficientes de distribución In / Zn	72
<b>Tabla 40:</b> Elución de indio variando la concentración de ácido clorhídrico	73
<b>Tabla 41:</b> Elución de indio variando el volumen de eluyente	75
<b>Tabla 42:</b> Costes totales	83

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1:</b> Equipo experimental _____	14
<b>Figura 2:</b> Equipo de agitación _____	15
<b>Figura 3:</b> Tacómetro _____	16
<b>Figura 4:</b> Matraz aforado (200mL) _____	16
<b>Figura 5:</b> Vaso de vidrio (200mL) _____	17
<b>Figura 6:</b> Vidrio de reloj _____	18
<b>Figura 7:</b> Balanza analítica _____	18
<b>Figura 8:</b> Pipetas _____	19
<b>Figura 9:</b> Resina Lewatit K-2621 _____	20
<b>Figura 10:</b> Espectrómetro PERKIN ELMER 1100B _____	20
<b>Figura 11:</b> Influencia de la velocidad de agitación en la adsorción del indio _____	26
<b>Figura 12:</b> Influencia de la cantidad de resina empleada en la adsorción del indio con 0,1M HCl _____	28
<b>Figura 13:</b> Influencia de la cantidad de resina empleada en la adsorción del indio con 0,5M HCl _____	30
<b>Figura 14:</b> Influencia de la concentración de indio en la disolución _____	32
<b>Figura 15:</b> Isotherma de adsorción _____	33
<b>Figura 16:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,05 gr de resina y 0,1M HCl _____	36
<b>Figura 17:</b> Proceso de difusión en poro para 0,05 gr de resina y 0,1M HCl _____	37
<b>Figura 18:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,05 gr de resina y 0,1M HCl _____	38
<b>Figura 19:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,1 gr de resina y 0,1M HCl _____	39
<b>Figura 20:</b> Proceso de difusión en poro para 0,1 gr de resina y 0,1M HCl _____	40
<b>Figura 21:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,1 gr de resina y 0,1M HCl _____	41
<b>Figura 22:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,25 gr de resina y 0,1M HCl _____	43
<b>Figura 23:</b> Proceso de difusión en poro para 0,25 gr de resina y 0,1M HCl _____	44
<b>Figura 24:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,25 gr de resina y 0,1M HCl _____	45
<b>Figura 25:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,5 gr de resina y 0,1M HCl _____	46

<b>Figura 26:</b> Proceso de difusión en poro para 0,5 gr de resina y 0,1M HCl	47
<b>Figura 27:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,5 gr de resina y 0,1M HCl	48
<b>Figura 28:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,1 gr de resina y 0,5M HCl	50
<b>Figura 29:</b> Proceso de difusión en poro para 0,1 gr de resina y 0,5M HCl	51
<b>Figura 30:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,1 gr de resina y 0,5M HCl	52
<b>Figura 31:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,01 g/L de indio y 0,1M HCl	53
<b>Figura 32:</b> Proceso de difusión en poro para 0,01 g/L de indio y 0,1M HCl	54
<b>Figura 33:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,01 g/L de indio y 0,1M HCl	55
<b>Figura 34:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,05 g/L de indio y 0,1M HCl	56
<b>Figura 35:</b> Proceso de difusión en poro para 0,05 g/L de indio y 0,1M HCl	57
<b>Figura 36:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,05 g/L de indio y 0,1M HCl	58
<b>Figura 37:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,1 g/L de indio y 0,1M HCl	59
<b>Figura 38:</b> Proceso de difusión en poro para 0,1 g/L de indio y 0,1M HCl	60
<b>Figura 39:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,1 g/L de indio y 0,1M HCl	61
<b>Figura 40:</b> Proceso de difusión en capa límite para 0,25 g/L de indio y 0,1M HCl	63
<b>Figura 41:</b> Proceso de difusión en poro para 0,25 g/L de indio y 0,1M HCl	64
<b>Figura 42:</b> Proceso de núcleo recesivo para 0,25 g/L de indio y 0,1M HCl	65
<b>Figura 43:</b> Estudio de la selectividad Indio / Hierro	66
<b>Figura 44:</b> Estudio de la selectividad Indio / Cobre	69
<b>Figura 45:</b> Estudio de la selectividad Indio / Zinc	71
<b>Figura 46:</b> Elución de indio variando la concentración de ácido clorhídrico	74
<b>Figura 47:</b> Elución de indio variando el volumen de eluyente	76

## **CAPÍTULO 1: OBJETIVO Y ALCANCE**

En el presente proyecto, se investiga acerca de la eliminación y recuperación de indio de efluentes industriales, mediante una tecnología avanzada de cambio iónico.

El indio es un elemento tóxico pero a su vez muy valioso en la actualidad por lo que su recuperación es muy importante hoy en día.

La tecnología que se ha utilizado en la investigación ha sido el sistema de cambio iónico, y como resina se ha utilizado la "Lewatit K-2621".

Cabe mencionar que, aunque existen antecedentes en la investigación de recuperación de indio, nunca antes se había realizado, para este fin, esta tecnología avanzada ni la resina Lewatit K-2621 como agente de extracción. Es por ello que este proyecto servirá de precedente en un campo tan importante como es la recuperación de metales pesados en efluentes industriales.

Los experimentos que se han realizado se llevan a cabo en las mismas condiciones en las que se opera en la industria metalúrgica, utilizando los productos y reactivos habituales en la industria, con el fin de obtener valores representativos a la hora de hacer un escalado del proceso a nivel industrial.

A partir de lo anterior, los objetivos perseguidos en esta investigación son:

- Estudiar la influencia de las variables de operación: velocidad de agitación, concentración de ácido clorhídrico, cantidad de resina utilizada, concentración inicial de indio y selectividad entre distintos metales

- Elucidar la etapa controlante en la cinética del proceso
- Proponer modelos que representen el proceso de intercambio iónico con la resina estudiada.
- Seleccionar la concentración más apropiada para el eluyente y su volumen

Las conclusiones planteadas al final de este proyecto, muestran tanto los mecanismos de adsorción que mejor se ajustan a los estudios realizados en este proyecto como el volumen y la concentración de ácido óptimos para obtener una recuperación casi total del indio adsorbido por la resina.

## **CAPÍTULO 2: INTRODUCCIÓN**

### **2.1 EL INDIO**

El indio es un elemento químico de número atómico 49 que se encuentra en el grupo 13 de la tabla periódica, plateado, fácilmente fundible y estable al aire al recubrirse inmediatamente de una capa fina de su óxido frente al agua y las bases y emite un sonido muy característico al doblarse.

Se estima que ocupa aproximadamente un 0,000001% de la corteza terrestre y normalmente en concentraciones de 0,1% o menores.

El precio actual del indio está entorno a unos 500 € el kilogramo y sus principales productores son Canadá y China a partir de los residuos generados durante el procesado de minas de cinc aunque también se encuentra en minas de hierro, plomo y cobre y se obtiene mediante la electrolisis de sus sales.

Dada su importancia y su baja abundancia en la corteza terrestre, se están buscando tecnologías de recuperación y purificación más selectivas y eficientes para este elemento.

Como propiedades principales podemos destacar que: No muestra tendencia a formar aniones simples, normalmente tienen estado de oxidación +3, pero también +1 en varios elementos debido al "Efecto Par Inerte" según el cual, al perder primero un electrón del orbital np, el orbital ns queda lleno, lo que lo hace menos reactivo, posee carácter metálico, puede formar enlaces iónicos bien definidos por lo que es un conductor blando y tiene punto de fusión muy bajo.

## **2.2 USOS DEL INDIO**

El indio se comenzó a utilizar para cubrir los motores de algunos aviones en la época de la Segunda Guerra Mundial para después utilizarse en soldaduras en la industria de la electrónica y en distintas aleaciones.

Posee también aplicaciones como la fabricación de células fotovoltaicas, recubrimientos electrolíticos para evitar el desgaste en algunas piezas metálicas, para hacer aleaciones para prótesis dentales y motores eléctricos, en varillas de control de centrales nucleares y para espejos por ser resistente a la corrosión

A finales del Siglo XIX, el indio tuvo especial interés para el empleo de los fosfuros de indio en su uso como semiconductores. La utilización del indio consiguió que en los LED se pudiera obtener el color azulado, que tanto había costado obtener durante años.

Actualmente son útiles sus óxidos tanto para fabricar paneles electrónicos luminiscentes como para fabricar las pantallas de tipo táctil que tanto se llevan hoy en día y que todo el mundo conoce como por ejemplo las de los teléfonos móviles, las tablet, etc.

En cuanto a los aspectos biológicos del indio, algunos complejos de éste, se utilizan habitualmente para poder lograr más fácilmente la detección de diferentes tumores por lo que su estudio servirá de gran ayuda para colaborar en campos tan importantes como la medicina.

### **2.2.1 Principal uso actualmente del Indio**

Actualmente existe una gran variedad de objetos de todos los tamaños con pantalla plana LCD, desde relojes, receptores GPS, el móvil, y las grandes pantallas de televisión.

Al fabricar la película delgada con ITO, la alta concentración de electrones incrementa la conductividad, pero disminuye la transparencia lo que es un pequeño inconveniente a la hora de su utilización.

El Liquid Cristal Display (LCD) es un dispositivo inventado por Jack Janning, de NRC. Es una presentación digital de cristales líquidos que cambian la reflectividad cuando se aplica un potencial eléctrico. En un líquido las moléculas están desordenadas y sin posiciones fijas, mientras que en un sólido las moléculas se encuentran rígidamente pegadas unas a otras. Al menos en la mayoría de sólidos existe alguna estructura regular, algún patrón en el que se encuentran ordenadas. El término cristal se refiere a materiales que tienen esa clase de estructura ordenada. (*P. Bolufer, 2008*)

El cristal líquido posee unas moléculas largas y alargadas que lo diferencian claramente del resto. En cada píxel LCD hay dos capas-electrodo de indio, conductoras eléctricamente y transparentes y en medio hay cristales líquidos que poseen una gran capacidad para desviar la luz a su paso.

En una pantalla alfanumérica, cuando la corriente circula entre los electrodos de indio transparentes, los cristales se reorientan alterando la transparencia.

El cristal líquido es el material base de un LCD, exhibe un comportamiento similar al de los líquidos y unas propiedades físicas anisótropas, similares a los sólidos cristalinos. Las moléculas del cristal poseen forma alargada, y son más o menos paralelas entre sí en la fase cristalina. (*P. Bolufer, 2008*)

### **2.3 EFECTOS TÓXICOS Y PERJUDICIALES DEL INDIO**

Hasta principios de la década de los 90, se creía que los compuestos de indio no eran perjudiciales puesto que había poca información sobre los efectos adversos para la salud de los seres humanos o animales que surgen de la exposición a dichos compuestos.

Sin embargo, debido a que la utilización industrial de compuestos de indio, tales como el óxido de indio, es cada vez más frecuente, el potencial de exposición ocupacional a compuestos de indio ha atraído mucho la atención.

Después de mediados de los 90, se publicaron los datos que indicaban que los compuestos de indio podían ser tóxicos para los animales, aunque seguía habiendo poca información sobre los efectos adversos para la salud de los trabajadores derivados de la exposición a estos compuestos.

Se observó que los compuestos insolubles de indio eran mucho menos tóxicos por administración oral. La dosis letal de indio es de más de 10g/Kg. Sin embargo no existen datos disponibles respecto a dicha dosis cuando estos materiales se dan por vía intratraqueal.

En 2003, se informó del primer caso de neumonía intersticial causada por la exposición ocupacional a ITO. Sin embargo, la cuestión de si la exposición al indio es un peligro potencial para la salud ocupacional de los empleados que trabajan con estos materiales no se ha resuelto por completo.

Esta revisión se ha centrado principalmente en la toxicidad pulmonar de compuestos insolubles de indio, especialmente InAs, INP e ITO, a los animales y los seres humanos después de la exposición por inhalación, ya que la principal vía de exposición sería la inhalación directa en el caso de los trabajadores que manipulan indio en su lugar de trabajo.

Como conclusiones hemos obtenido que a partir de estudios en animales, los datos disponibles son los siguientes:

InP: Muestra una toxicidad pulmonar grave y carcinogenicidad.

InAs: Causa toxicidad pulmonar grave y se sospecha de carcinogenicidad.

ITO: Causa daño pulmonar.

En cuanto a los datos en humanos, la toxicidad pulmonar se manifiesta cuando los trabajadores inhalan compuestos del indio. En cuanto a la evaluación de dosis-respuesta, suero indio es un indicador útil de la exposición a compuestos del indio, mientras KL-6, SP-A y SP-D son índices útiles efecto de la neumonía intersticial causada por la exposición a compuestos del indio. Hay una clara relación dosis-respuesta o dosis-efecto entre el nivel sérico de indio y KL-6, SP-A y SP-D.

Es necesario prestar mucha más atención a la exposición humana a compuestos de indio, y las precauciones contra la posible exposición a compuestos del indio son de suma importancia en lo que respecta a la gestión de la salud.

## **2.4 Recuperación del Indio de efluentes industriales mediante Intercambio Iónico**

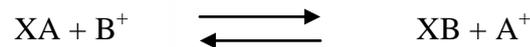
### **2.4.1. Nociones Básicas sobre el Intercambio Iónico**

Un proceso de intercambio iónico se define como una reacción química reversible entre un intercambiador iónico o resina y una solución acuosa, que intercambian sus iones entre ambas fases. Estas resinas son materiales sintéticos, sólidos e insolubles en agua, que se pueden presentar en forma de esferas o perlas (0,3 a 1,2mm de tamaño efectivo) o en forma de polvo. Están compuestas de una alta concentración de grupos polares, ácidos o básicos, incorporados a una matriz de un polímero sintético y actúan tomando iones de las soluciones

(generalmente agua) y cediendo cantidades equivalentes de otros iones. Su principal ventaja es que su capacidad de intercambio original puede ser recuperada, mediante el tratamiento con una solución regenerante de base fuerte. (*V. Hernández, 2005*)

Se las denomina resinas de intercambio catiónico o aniónico ya que pueden intercambiar tanto cationes como aniones. Denominamos contraiones a los iones móviles que reemplazan a los originales.

Cuando una resina de intercambio catiónico (XA) se pone en contacto con una solución con iones B<sup>+</sup> disueltos, el intercambio de los contraiones tiene lugar y se establece un equilibrio de acuerdo a la siguiente reacción.



La extensión del intercambio en la reacción mostrada depende del coeficiente de distribución (D<sub>B</sub>), que está definido como: miliequivalentes de ión B<sup>+</sup> por gramo de intercambiador, dividido entre los miliequivalentes de ión B<sup>+</sup> por mililitro de disolución.

El valor de D<sub>B</sub> se determina experimentalmente poniendo una cierta cantidad de intercambiador en contacto con un cierto volumen de disolución que contiene al ión B<sup>+</sup>. Un alto valor de D<sub>B</sub> indica una alta afinidad del intercambiador frente a los iones B<sup>+</sup> (*C. K. Gupta y T. K. Mukherjee, 1990*)

En aplicaciones prácticas, la disolución puede contener dos cationes distintos que se quieren separar. Esta separación dependerá de un parámetro denominado factor de separación y nombrado como α, del cual se necesita un alto valor para que la separación sea efectiva. El factor de separación es la relación entre los dos cationes en función de las fracciones molares de los iones en la solución y en la resina, según esta fórmula: (*R. P. Townsend y col., 1991*)

$$\alpha_B^A = X_{A(Z)} * X_{B(S)} / X_{A(S)} * X_{B(Z)}$$

donde:

A: es el catión a intercambiar: A(s) si se encuentra en solución y A(z) si está en la resina.

B: es el catión intercambiable presente en la resina al inicio: B(s) si se encuentra en solución y B(z) si está en la resina.

$\alpha_B^A$ : es el factor de separación.

X(s): es la fracción molar equivalente del ión en solución.

X(z): es la fracción molar equivalente del ión en la resina.

De tal manera que si:

$\alpha_B^A > 1$  la resina prefiere al catión que está en disolución y que entra en su estructura.

$\alpha_B^A < 1$  la resina prefiere su propio ión, el intercambio iónico se ve desfavorecido.

$\alpha_B^A = 1$  la resina no tiene preferencia por ninguno de los iones

#### **2.4.1.1 Tipos de Resinas de Intercambio**

Gran parte de las resinas utilizadas actualmente son sintéticas, basadas en un copolímero de estireno-divinilbenceno, tratado de una forma adecuada para agregarle los grupos funcionales necesarios. La aminación da lugar a resinas aniónicas y la sulfonación a resinas catiónicas.

Algunas resinas poseen una matriz acrílica en lugar de estirénica, u otros grupos polimerizados (epoxi, etc.) (*R. P. Townsend y col., 1991*)

Las resinas aniónicas y catiónicas también se pueden clasificar a su vez en fuertes o débiles, en función de su grado de ionización. Las fuertes serían las que están completamente ionizadas, mientras que las débiles sólo lo están parcialmente.

Las **aniónicas fuertes** son capaces de operar a cualquier pH eliminando todos los aniones de ácidos débiles o fuertes. Su selectividad para los aniones monovalentes es inferior a los bivalentes. Son menos estables que las homólogas catiónicas, duran bastante menos y resisten temperaturas límites más bajas. Para su protección se puede utilizar una columna previa de resina aniónica débil o de carbón activo. Ofrece un hinchamiento inferior al 12% al pasar a la forma  $\text{OH}^-$ . Las temperaturas máximas que resisten van de unos 35 a unos 60°C.

Las **aniónicas débiles** son capaces de eliminar los aniones de los ácidos fuertes,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ , pero no los de los ácidos débiles,  $\text{CO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3\text{H}^-$ ,  $\text{SiOH}^-$ , y no pueden operar a pH superior a 6. Su capacidad es el doble de las aniónicas fuertes y son resistentes al ensuciamiento orgánico. Aunque no eliminan el carbón o la sílice, son útiles situadas después de una catiónica fuerte para disminuir el costo de regenerantes y proteger las aniónicas fuertes de la materia orgánica, y hasta eliminar el color del agua.

Las **catiónicas fuertes** poseen máxima selectividad para los cationes trivalentes, media para los bivalentes e inferior para los monovalentes. Su velocidad de intercambio es bastante rápida y apenas da fuga iónica. Son resinas muy estables y pueden permanecer útiles hasta veinte años o más. Se hinchan poco, menos del 8%, al pasar de la forma  $\text{Na}^+$  a la  $\text{H}^+$ . Las resinas catiónicas resisten altas temperaturas de más de 100 °C.

Las **catiónicas débiles** no pueden realizar su función a pH inferior a 7, siendo necesaria una acción tamponante. Su capacidad es aproximadamente el doble de la catiónica fuerte y, aunque su fuga de calcio es baja, es alta en sodio. Incluso se puede emplear en su regeneración el exceso de ácido usado en la regeneración de la catiónica fuerte. Posee un hinchamiento alto, de entorno al 90% al pasar de la forma  $\text{Na}^+$  a  $\text{H}^+$ . Son resinas más resistentes a los oxidantes que las anteriores.

#### **2.4.1.2. Propiedades de las Resinas**

La elección de una resina para su aplicación en hidrometalurgia es tomada en base a: (C. K. Gupta y T. K. Mukherjee, 1990):

**Capacidad de intercambio:** La máxima capacidad de intercambio de una resina está definida como el número de grupos ionogénicos (o centros activos) por el peso específico de la resina.

**Hinchamiento:** Tras poner en contacto una resina de cambio iónico con una solución acuosa, se produce el hinchamiento ya que penetra una cierta cantidad de agua en la resina. El proceso de hinchamiento es opuesto por la fuerza elástica de la matriz y así se consigue un valor de equilibrio.

Una resina muestra una tendencia alta al hinchamiento si está caracterizada por un bajo grado de entrecruzamiento, una alta capacidad de intercambio y grandes contraiones fuertemente solvatados.

**Selectividad:** Se trata de la preferencia de una resina por un ión entre varios presentes en la solución acuosa, que depende tanto de la resina como del ión. En la selectividad influyen diversos factores tales como: La valencia del contraión (se prefieren valencias altas, preferencia que se consolida aún más cuando aumenta la dilución y el entrecruzamiento de la resina), su tamaño (se prefieren tamaños pequeños), las interacciones específicas de los contraiones con los grupos iónicos fijos (a más interacción más selectividad), la asociación y la formación de complejos en la solución reduce la concentración de contraiones libres en la solución y, por último, la temperatura y la presión también son factores que influyen.

La vida activa de ciertas resinas varía según su tendencia a adsorber aquellos iones de impurezas que no pueden ser fácilmente eluidos. Esta adsorción irreversible de trazas de impurezas se denomina envenenamiento de la resina

#### **2.4.1.3. Cinética del Proceso de Intercambio**

El proceso de intercambio iónico se produce a partir de los siguientes pasos:

1. Transporte de los iones desde la masa de solución acuosa a la superficie de la resina a través de la película límite de líquido que la rodea.
2. Difusión del ión en el interior de la resina
3. Intercambio químico entre el ión entrante y el contraión de la resina.
4. Difusión del ión saliente a la superficie de la resina.
5. Difusión del ión saliente a la masa de la solución acuosa a través de la película límite del líquido.

La etapa controlante del proceso será una de las tres etapas de difusión ya que el intercambio químico es más rápido. (C. K. Gupta y T. K. Mukherjee, 1990)

## **2.5 Otras Tecnologías habituales en la recuperación de indio de efluentes industriales**

Existen varias tecnologías para la recuperación de indio de efluentes industriales. En aplicaciones prácticas, la elección de una forma de tratamiento u otra depende de muchos factores, incluyendo la concentración de indio en el efluente, la presencia de otros compuestos, los costes asociados al proceso, la generación de residuos y los gastos de su eliminación.

Algunos de los tratamientos más habituales son:

**Membranas líquidas:** Una membrana líquida es una película delgada que permite selectivamente el paso de un constituyente específico de una mezcla y podrán presentarse de forma soportada o no soportada. Esta tecnología es muy similar a la extracción con disolventes en algunos aspectos.

Es bastante reciente y ha resuelto muchos problemas. La estabilidad térmica es mayor con el uso de la membrana soportada, sin embargo la eficiencia de las microesferas para la recuperación del producto es una de las dificultades encontradas con más frecuencia en las membranas en emulsión.

**Extracción con disolventes:** Este proceso implica una fase orgánica y otra acuosa. Se mezcla cuidadosamente la solución acuosa que contiene el metal o metales de interés con el disolvente orgánico apropiado y el metal pasa a dicha fase. Para poder recuperar el metal extraído, se pone en contacto el disolvente orgánico con una solución acuosa. Una vez que el metal ha sido retirado, el disolvente orgánico es reciclado directamente o después de que una fracción de él haya sido tratada para retirar impurezas.

### **CAPÍTULO 3: MATERIALES**

Para la investigación en la recuperación del indio de este proyecto, empleamos el método de cambio iónico con la resina Lewatit K-2621

#### **3.1 Equipo**

El equipo experimental que se ha empleado se muestra en la figura



Figura 1: Equipo experimental

A continuación se detallan los distintos elementos del equipo experimental utilizado así como sus componentes:

### 3.1.1 Equipos de agitación

Estos equipos están formados principalmente por un motor eléctrico y una varilla de agitación. Forman un sistema que proporciona una agitación continua que ayuda a la homogeneización y a la transferencia de iones.

La velocidad de agitación de estos equipos es ajustable según la necesidad del operario



Figura 2: Equipo de agitación

### 3.1.2 Tacómetro

El tacómetro es el elemento que mide la velocidad (rpm) en nuestro equipo de agitación y es aparentemente similar a una linterna. Para obtener el valor de la velocidad, se enfoca un rayo de luz al objeto a medir que rebota en una banda reflectante pegada en el objeto a medir indicando así la frecuencia de rotación. El resultado aparece en la pantalla LCD de 5 dígitos. La distancia entre el tacómetro digital y el objeto a medir puede alcanzar hasta 600mm.



Figura 3: Tacómetro

### 3.1.3 Matraz aforado (200mL)

El matraz aforado es el recipiente donde se realiza la disolución de concentración conocida y exacta de nuestros procedimientos. Se emplea para medir con exactitud un volumen determinado de líquido. La marca de graduación rodea todo el cuello de vidrio, por lo cual es fácil determinar con precisión cuándo el líquido llega hasta la marca. La forma correcta de medir volúmenes es llevar el líquido hasta que la parte inferior del menisco sea tangente a la marca. El hecho de que el cuello del matraz sea estrecho es para aumentar la exactitud, de esta forma un cambio pequeño en el volumen se traduce en un aumento considerable de la altura del líquido.



Figura 4: Matraz aforado (200mL)

### 3.1.4 Vaso de vidrio (200 mL)

El vaso de vidrio se utiliza para almacenar sustancias, disolverlas, mezclarlas, calentarlas y en general cualquier cosa que no necesite una medida de precisión del volumen. Los materiales con etiqueta PYREX son aptos para el calentamiento y pueden ser utilizados con mecheros bunsen. Los que no tienen esa etiqueta no se pueden poner directamente a una fuente de calor continua ya que el cristal podría ir quebrándose poco a poco y romper así todo el vaso. En nuestro caso, será el recipiente donde se agitará la disolución (preparada previamente en el matraz) junto con la resina para realizar el proceso. Suelen ser cilíndricos y con una base plana, con una boca en la parte de arriba para poder transferir el líquido que contiene con mayor facilidad.



Figura 5: Vaso de vidrio (200mL)

### 3.1.5 Vidrio de reloj

El vidrio de reloj es una lámina de vidrio cóncavo-convexa que se emplea como "recipiente" para pesar la resina que vamos a utilizar en cada experimento.



Figura 6: Vidrio de reloj

### 3.1.6 Balanza analítica de precisión Mettler AE200

La balanza analítica es el instrumento mediante el cual podremos conocer con exactitud la masa de la resina utilizada en cada caso. Generalmente permite pesar masas inferiores a los 200 gramos con una sensibilidad de 0.1 mg y en algunos casos 0.01 mg, es decir es capaz de pesar sustancias reportando valores de manera precisa hasta la cuarta o quinta cifra decimal. Otra característica importante de la balanza analítica es su fidelidad (Precisión), consistente en la capacidad de dar el mismo valor toda vez que un mismo objeto es pesado varias veces consecutivas.



Figura 7: Balanza analítica

### 3.1.7 Pipetas "Finnpipette" / "Eppendorf"

Las pipetas son los dispositivos que se utilizan para medir y transvasar los volúmenes necesarios en cada caso, tanto de indio como de ácido clorhídrico y de las muestras, con gran exactitud;

Permiten ajustar el volumen a ser dispensado dentro de un rango determinado en las especificaciones de la pipeta modificando la longitud de la carrera del pistón dentro del émbolo mediante una rueda que poseen en su parte superior. En estas, el volumen nominal es el límite superior del rango de volumen de la pipeta, de acuerdo con las especificaciones dadas por el fabricante



Figura 8: Pipetas

### 3.1.8 Resina Lewatit K-2621

La resina empleada "Lewatit K-2621", se ha destinado en este caso para el trabajo con el sistema de cambio iónico. Tiene forma de pequeñas esferas y puede producir graves lesiones oculares. Está compuesta de copolímero del estireno-divinilbenceno con grupos ácido sulfónicos en forma H., por lo que se considera catiónica fuerte.



Figura 9: Resina Lewatit K-2621 (Escala en mm)

### 3.1.9 Espectrómetro PERKIN ELMER 1100B

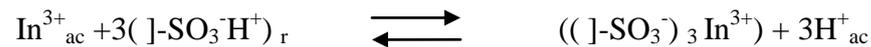
El espectrómetro de absorción atómica marca PERKIN ELMER 1100B es el equipo mediante el cual hemos podido realizar la medición de la concentración de indio restante en las muestras obtenidas tras cada experimento para así poder sacar las conclusiones de este proyecto.



Figura 10: Espectrómetro PERKIN ELMER 1100B

## CAPÍTULO 4: METODOLOGÍA

Partiendo de la ecuación correspondiente a la adsorción del indio cuya forma es la siguiente:



La metodología o procedimiento experimental llevado a cabo para la realización de los ensayos que constituyen este proyecto fin de grado se puede dividir en dos grandes grupos: ensayos en discontinuo y ensayos de elución.

Todos los experimentos han sido realizados con la resina de intercambio iónico, Lewatit K-2621. Se trata de un tipo de resina que no necesita ningún tratamiento previo para su uso. Tiene forma de pequeñas esferas que podemos pesar directamente para su utilización de manera inmediata en la disolución ya preparada anteriormente.

En todos los casos, la medida de la concentración de indio, o cualquier otro metal que se quisiera analizar de los que están presentes en los efluentes industriales, se realiza a través de un espectrómetro de absorción atómica "Perkin Elmer 1100B". El metal adsorbido por la resina se calcula a partir de la concentración residual de indio en la fase acuosa tras el periodo de tiempo necesario para la adsorción, calculándose en este caso el porcentaje de adsorción del indio por la resina como:

$$\% \text{ Indio Absorbido} = (([M]_0 - [M]_t) / [M]_0) \cdot 100$$

Siendo  $[M]_0$  la concentración del metal a tiempo "0" en la disolución y  $[M]_t$  la concentración del mismo metal en la misma disolución una vez transcurrido un tiempo "t" determinado.

#### **4.1 Ensayos en Discontinuo**

Los ensayos discontinuos se llevaron a cabo en un reactor de vidrio con agitación, constituido por un vaso de vidrio de 200mL con un agitador mecánico, con 200mL de disolución y 0,1g de resina

La metodología en todos los ensayos de este tipo fue muy similar, con unas ligeras variaciones que requería cada ensayo particular. Las concentraciones iniciales de indio en la disolución de origen se conseguían a partir de la disolución de la cantidad pertinente de In(III) con una concentración de 1g/L en 200 mL de agua, que en nuestro caso fueron 2mL. Las muestras, en función del ensayo en particular que se lleva a cabo, se toman a unos tiempos u otros, y la necesidad de diluirlas o no, y en que medida se debe hacer viene dado en función de la concentración de indio en la disolución de origen, para que los valores de concentración de las muestras a evaluar estén dentro de los rangos detectables por el espectrofotómetro de adsorción atómica "Perkin Elmer 1100B" (0,5 – 10mg/L).

Mediante los ensayos discontinuos se estudia la influencia de la variación de la velocidad de agitación, la influencia de la cantidad de resina empleada, la influencia de la concentración de indio en la disolución y la selectividad entre indio y otros metales

En una serie de estos ensayos discontinuos se calculó la fracción de aproximación al equilibrio "F". (*F. J. Alguacil y col., 2003*) (*F. J. Alguacil, 2003*)

$$F = ([In]_0 - [In]_t) / ([In]_0 - [In]_e)$$

Donde:

$[In]_0$  : es la concentración inicial de indio en la solución de origen, antes de añadir la resina.

$[In]_t$  : es la concentración de indio a un tiempo transcurrido "t" desde que se añadió la resina.

$[In]_e$  : es la concentración de indio en equilibrio en la solución acuosa.

A partir de estos valores de "F" se pueden obtener los ajustes para calcular los mecanismos de adsorción a través de los cuales se produce en intercambio del indio en la resina Lewatit K-2621. Dicho cálculo se realizó para los ensayos que corresponden a la variación en la cantidad de la resina y la variación en la concentración inicial de indio.

También con estos ensayos, además de determinar los mecanismos de adsorción del indio y el estudio de la influencia de las distintas variables o parámetros (concentración de indio, concentración de ácido clorhídrico, velocidad de agitación, cantidad de resina...), se puede obtener el modelo de adsorción que sigue este sistema en función de si el ajuste es mejor para la isoterma de Langmuir o la de Freundlich.

#### **4.2 Ensayos de Elución**

Como etapa final, se llevaron a cabo los ensayos de elución del indio, consistentes en la desorción del indio adsorbido previamente por la resina

Se considera que el indio queda adsorbido, después de estar en contacto la solución y la resina durante una hora en el reactor de vidrio, igual que los ensayos en discontinuo, con agitación de 130rpm. Después se filtra la disolución con la resina y se deja secar 24 horas para llevar a cabo el proceso de elución del indio adsorbido.

La absorción del indio se realizó empleando en todos los casos la misma cantidad de resina y las mismas concentraciones tanto de indio como de ácido clorhídrico.

La desorción del indio cargado en la resina se realizó en discontinuo, para así poder probar con diferentes concentraciones de ácido clorhídrico hasta encontrar la óptima. Se toma la resina cargada de indio y se deposita en un reactor de vidrio con agitación 130rpm y se añaden unos 50mL o 25mL del eluyente, según cada caso de estudio particular, con la concentración que se vaya a probar.

## **CAPÍTULO 5: RESULTADOS**

### **5.1 Ensayos en discontinuo**

#### **5.1.1 Influencia de la velocidad de agitación**

Para este estudio se realizaron distintos ensayos a distintas velocidades de agitación empleándose como fase acuosa 200mL de solución con una concentración de Indio de 0,01g/L y 0,1g de la resina seleccionada, Lewatit K-2621. La temperatura de trabajo fue, para todos los casos de 20 °C. Las velocidades de agitación con las que se realizó este estudio fueron: 65, 130, 330, 660 y 1000 rpm.

En la Tabla 1 se muestran los resultados obtenidos, representando los porcentajes de eliminación de indio frente al tiempo.

Tiempo (min)	% Indio adsorbido				
	65 rpm	130 rpm	330 rpm	660 rpm	1000 rpm
0	0	0	0	0	0
5	27	50	15	8	1
15	46	55	20	16	2
30	46	57	23	25	8
60	46	60	39	30	29
120	46	73	63	64	61
180	46	82	79	80	78

Tabla 1: Influencia de la velocidad de agitación en la adsorción del indio

### Variación de la velocidad de agitación

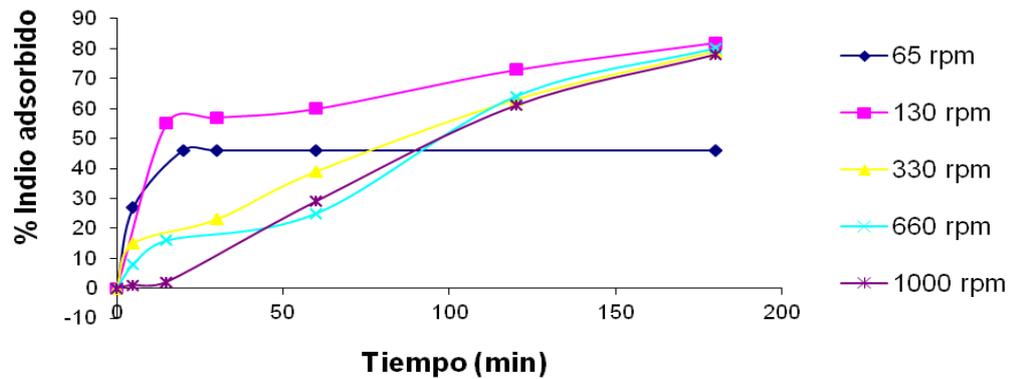


Figura 11: Influencia de la velocidad de agitación en la adsorción del indio

Teniendo en cuenta esta representación se puede afirmar que a partir de una velocidad de agitación de 330 rpm, por mucho que aumentemos dicha velocidad, la cantidad de metal adsorbido va a permanecer constante.

Se han logrado valores considerables en prácticamente todos los casos aunque observamos que la velocidad de agitación más efectiva ha sido la de 130rpm que supera el 90% de la adsorción del metal.

La velocidad de agitación menos efectiva como podemos comprobar en el gráfico es la de 65rpm debido a que no se llega a producir una agitación suficiente como para favorecer el proceso.

## 5.1.2 Influencia de la Cantidad de Resina

### 5.1.2.1 Primer Estudio

Para el primer estudio de la influencia de la cantidad de resina utilizada se realizaron ensayos con 0,05gr, 0,1gr, 0,25gr y 0,5gr de la resina Lewatit K-2621 empleando una fase acuosa de 200mL de solución con unas concentraciones de 0,1M de Ácido Clorhídrico y 0,01g/L de indio.

Los resultados se muestran en la Tabla 2 y se han representado en la Figura 12 para poder obtener las conclusiones para este ensayo

Tiempo (min)	% Indio adsorbido			
	0,05 gr	0,1 gr	0,25 gr	0,5 gr
0	0	0	0	0
5	4	20	12	18
15	9	25	26	38
30	12	30	40	65
60	18	41	58	82
120	22	48	75	94
180	23	50	81	97

Tabla 2: Influencia de la cantidad de resina empleada en la adsorción del indio

### Variación de la cantidad de resina con una concentración de 0,1M de Ácido Clorhídrico

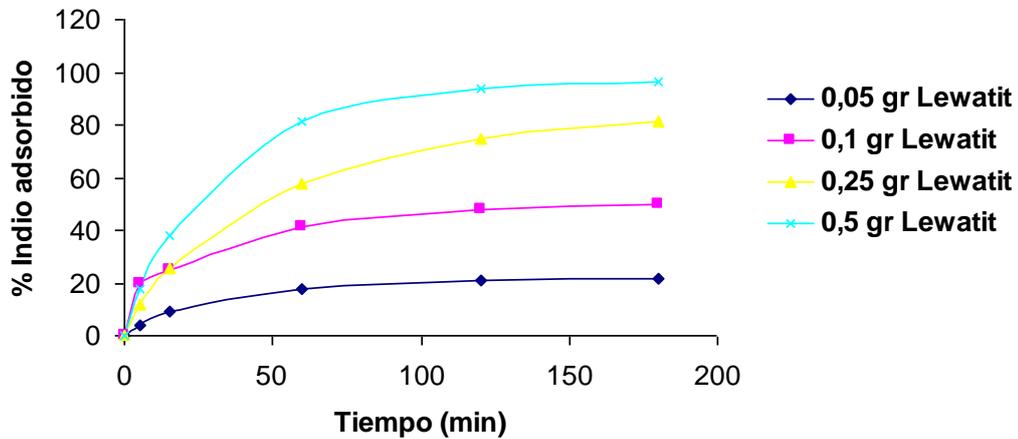


Figura 12: Influencia de la cantidad de resina empleada en la adsorción del indio con 0,1M HCl

Como podemos observar en el gráfico, la cantidad de resina no afecta en gran medida a la cantidad de indio adsorbida ya que conseguimos alcanzar valores superiores al 80% a partir de 0,25 gr de resina, llegando prácticamente a la adsorción total del indio con 0,5 gr de resina. Sin embargo, para cantidades más pequeñas de resina apenas se logra alcanzar el 50% de indio adsorbido.

Por otro lado también podemos comentar que la opción más adecuada para este ensayo sería la de emplear 0,1 gr de resina ya que tras hacer los cálculos, es la que ofrece una mayor cantidad de indio por cada gramo de resina empleado.

Cantidad de resina empleada	Indio adsorbido por cada cantidad de resina (mg)	Indio adsorbido por gramo de resina (mg)
0,05 gr	0,44 mg	8,8 mg
0,1 gr	1 mg	10 mg
0,25 gr	1,62 mg	6,48 mg
0,5 gr	1,94 mg	3,88 mg

Tabla 3: Opciones para la seleccionar cantidad de resina empleada con 0,1M HCl

### 5.1.2.2 Segundo Estudio

Para el segundo estudio de la influencia de la cantidad de resina utilizada se realizaron ensayos con 0,1gr y 0,5gr de la resina Lewatit K-2621 empleando una fase acuosa de 200mL de solución con una concentración de 0,5M de Ácido Clorhídrico.

Los resultados se muestran en la Tabla 4 y se han representado en la Figura 13 para poder obtener las conclusiones para este ensayo.

Tiempo (min)	% Indio adsorbido	
	0,1 gr	0,5 gr
0	0	0
5	1,5	3,5
15	2	4,5
30	3	5
60	4	5,5
120	5	6
180	5,5	6,5

Tabla 4: Influencia de la cantidad de resina empleada en la adsorción del indio

### Variación de la cantidad de resina con una concentración de 0,5M de Ácido Clorhídrico

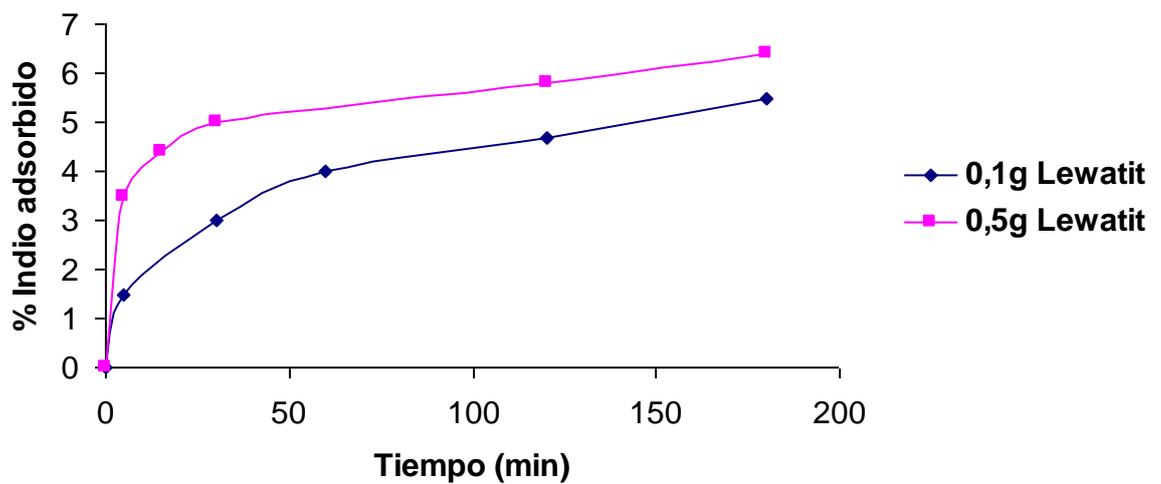


Figura 13: Influencia de la cantidad de resina empleada en la adsorción del indio con 0,5M HCl

Como podemos observar en el gráfico, al aumentar en 5 veces la concentración de ácido la cantidad de indio adsorbida apenas varía con respecto a la cantidad de resina utilizada.

Para este caso, la opción que nos ofrece mejores resultados sería la de utilizar 0,1gr de resina ya que tras hacer los cálculos, es la que ofrece una mayor cantidad de indio por cada gramo de resina empleada.

Cantidad de resina empleada	Indio adsorbido por cada cantidad de resina (mg)	Indio adsorbido por gramo de resina (mg)
0,1 gr	0,12 mg	1,2 mg
0,5 gr	1 mg	0,24 mg

Tabla 5: Opciones para la seleccionar cantidad de resina empleada con 0,5M HCl

### **5.1.3 Influencia de la Concentración de Indio en la Disolución**

Para el estudio de la influencia de la cantidad de indio se realizaron ensayos con unas concentraciones iniciales de 0,01gr/L; 0,05gr/L; 0,1gr/L y 0,25gr/L de indio empleando una fase acuosa de 200mL de solución con una concentración de 0,1M de Ácido Clorhídrico y una masa de 0,25gr de la resina Lewatit K-2621.

Los resultados se muestran en la Tabla 6 y se han representado en la Figura 14 para poder obtener las conclusiones para este ensayo.

Tiempo (min)	% Indio adsorbido			
	0,01 gr/L	0,05 gr/L	0,1 gr/L	0,25 gr/L
0	0	0	0	0
5	12	11	8	7
15	26	26	20	20
30	40	40	27	29
60	58	53	30	31
120	75	63	35	33
180	81	66	41	36

Tabla 6: Influencia de la concentración de indio en la disolución

### Variación de la Concentración de Indio en la Disolución

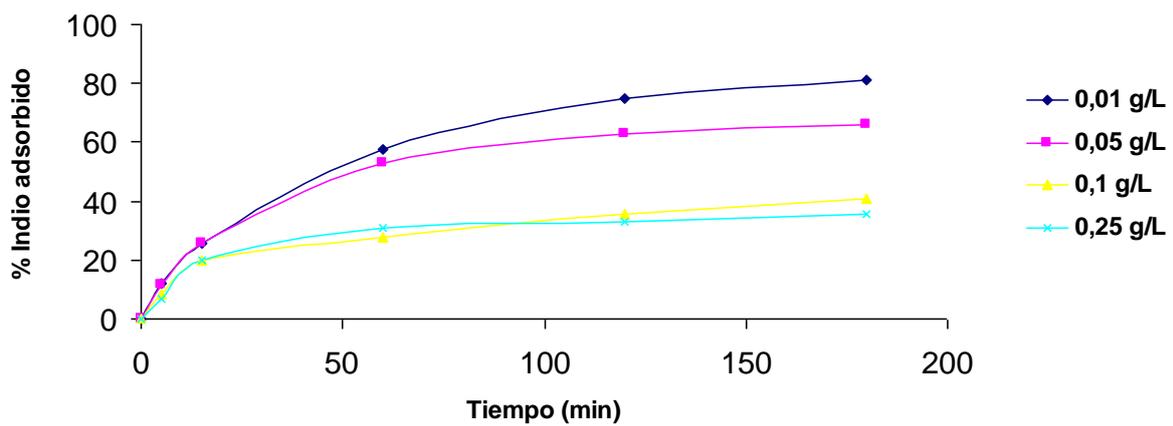


Figura 14: Influencia de la concentración de indio en la disolución

Tal y como podemos observar en nuestro gráfico, al margen de la concentración de Indio en la disolución, en todos los casos se va a alcanzar un valor de equilibrio para un tiempo aproximado de tres horas, por lo que concluimos que en ese tiempo se habrá alcanzado el valor máximo de adsorción del metal.

También podemos afirmar que cuanto mayor sea la concentración de nuestro metal en la disolución, peor es la adsorción que se produce.

#### 5.1.4 Isoterma de Adsorción

A partir de los datos anteriores correspondientes a los ensayos realizados con distinta concentración inicial de indio, expuestos en la Tabla 6, se procede a la obtención de la isoterma de adsorción a 20°C. Considerando las condiciones de equilibrio a un tiempo aproximado de 180 minutos para todos los casos, se calcula para cada concentración, la cantidad, en miligramos de indio contenida en un gramo de resina tras el proceso de adsorción en discontinuo. Estos valores se representan en la Figura 15 frente a la concentración de indio en equilibrio en la disolución acuosa.

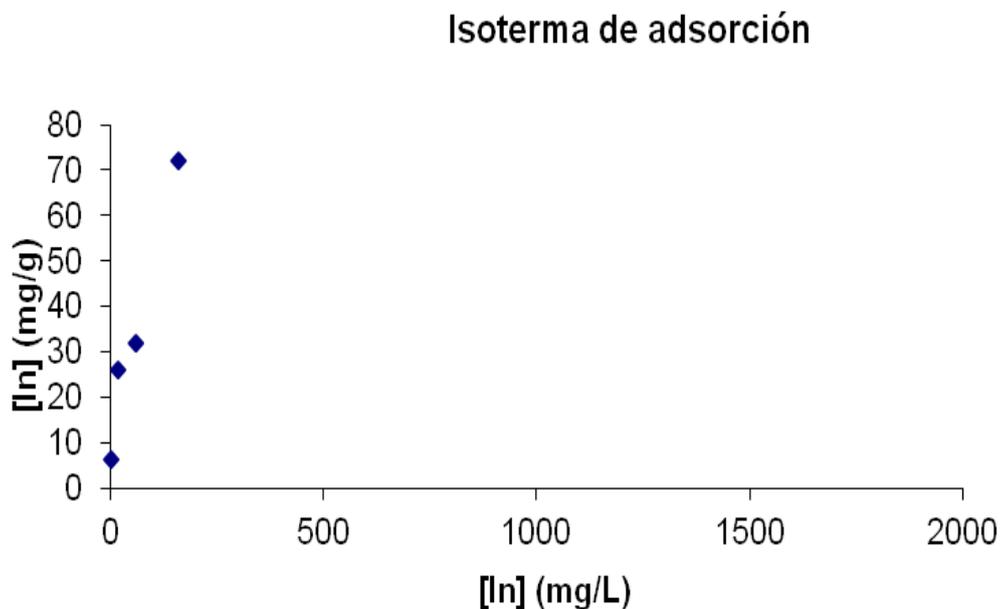


Figura 15: Isoterma de adsorción

### 5.1.5 Mecanismos de adsorción

Con los datos de los ensayos anteriores correspondientes a la variación de la cantidad de resina utilizada y a la variación de la concentración inicial de indio en la disolución, se estudiaron los posibles mecanismos a través de los cuales se realiza el proceso de adsorción en estos casos.

La adsorción del indio en la resina se considera como una reacción en fase líquida-sólida, de tal modo que los tres posibles mecanismos de adsorción a estudio fueron: La difusión de iones indio de la fase acuosa a la superficie de la resina, la difusión de iones desde el interior de la resina y la reacción química entre estos iones y los grupos funcionales de la resina (que conduce al control por movimiento límite o de núcleo recesivo)

Por tanto, el proceso de adsorción se verá controlado por fase que sea más lenta de las tres citadas anteriormente. El proceso se ve controlado por la difusión en capa límite, por la difusión en poro, o por movimiento límite o de núcleo recesivo.

Las ecuaciones de estos tres mecanismos de adsorción son:

- Proceso de difusión en capa límite (*R. Chiarizia y col., 1994*)

$$\ln(1-F) = -kt$$

- Proceso de difusión en poro (*B. Saha y col., 2000*)

$$\ln(1-F^2) = -kt$$

- Proceso de núcleo recesivo o de movimiento límite (*M. Chanda y G. L. Rempel, 1994*)

$$3-3(1-F)^{2/3}-2F = kt$$

En todos los mecanismos F es la fracción aproximada de equilibrio mientras que k es la correspondiente constante de velocidad.

#### **5.1.5.1 Variación de la cantidad de resina con una concentración de 0,1M de Ácido clorhídrico**

**Estudio del ajuste para 0,05gr de resina y una concentración de 0,1M de Ácido clorhídrico**

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y Ln(1-F)

Tiempo (min)	F (ln)	Ln(1-F)
0	0	0
5	0,17	-0,18632958
15	0,4	-0,51082562
30	0,56	-0,82098055
60	0,79	-1,56064775
120	0,98	-3,91202301
180	1	

Tabla 7: Proceso de difusión en capa límite para 0,05 gr de resina y 0,1M HCl

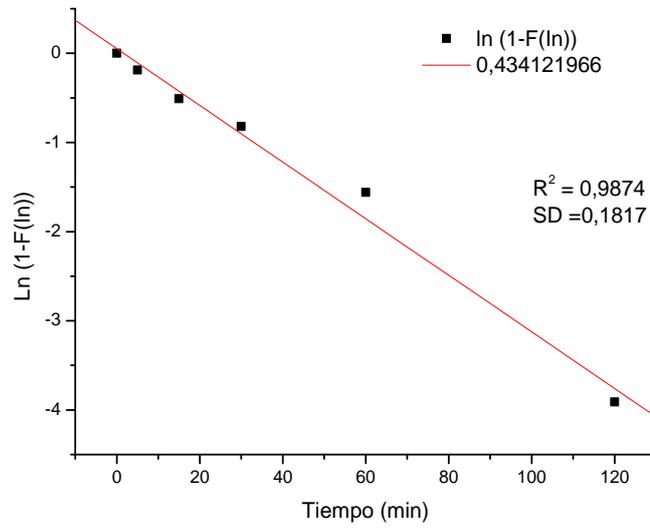


Figura 16: Proceso de difusión en capa límite para 0,05 gr de resina y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y Ln(1-Fcuad. In)

Tiempo (min)	F (In)	Ln(1-Fcuad. In)
0	0	0
5	0,17	-0,02932583
15	0,4	-0,17435339
30	0,56	-0,37629473
60	0,79	-0,97843213
120	0,98	-3,22892616
180	1	

Tabla 8: Proceso de difusión en poro para 0,05 gr de resina y 0,1M HCl

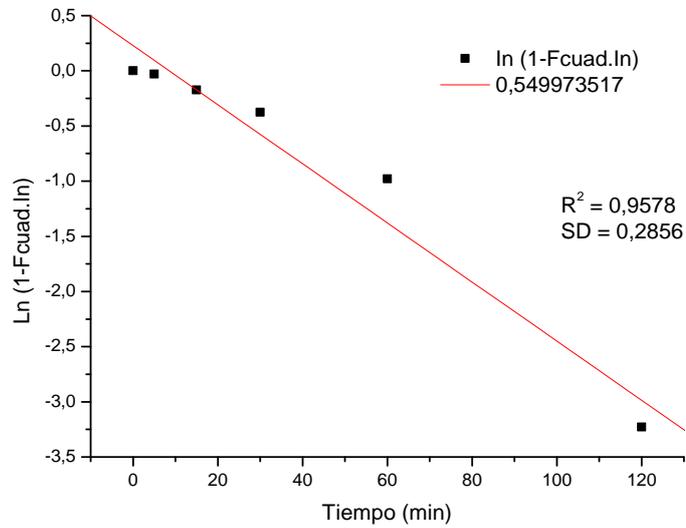


Figura 17: Proceso de difusión en poro para 0,05 gr de resina y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $3-3(1-F)^{2/3} - 2F$

Tiempo (min)	F (ln)	$3-3(1-F)^{2/3} - 2F$
15	0,4	-1,09413598
30	0,56	-0,69549369
60	0,79	-0,05990625
120	0,98	0,77895811
180	1	1

Tabla 9: Proceso de núcleo recesivo para 0,05 gr de resina y 0,1M HCl

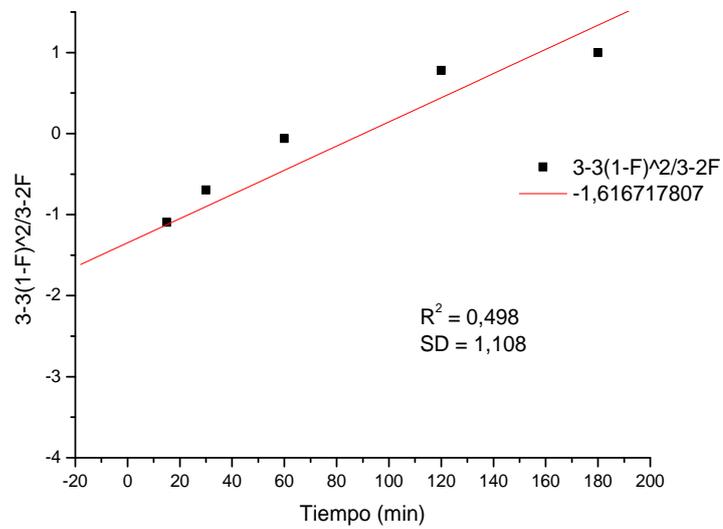


Figura 18: Proceso de núcleo recesivo para 0,05 gr de resina y 0,1M HCl

Observando los resultados obtenidos para este ensayo, mostrados en las tablas anteriores, se concluye que para una masa de 0,05gr de resina Lewatit K-2621 el mecanismo de adsorción de indio por la propia resina para una concentración de ácido clorhídrico de 0,1M viene controlado por la difusión en capa límite.

**Estudio del ajuste para 0,1gr de resina y una concentración de 0,1M de Ácido clorhídrico**

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $\ln(1-F)$

Tiempo (min)	F (In)	Ln(1-F)
0	0	0
5	0,4	-0,51082562
15	0,51	-0,71334989
30	0,65	-1,04982212
60	0,82	-1,71479843
120	0,98	-3,91202301
180	1	

Tabla 10: Proceso de difusión en capa límite para 0,1 gr de resina y 0,1M HCl

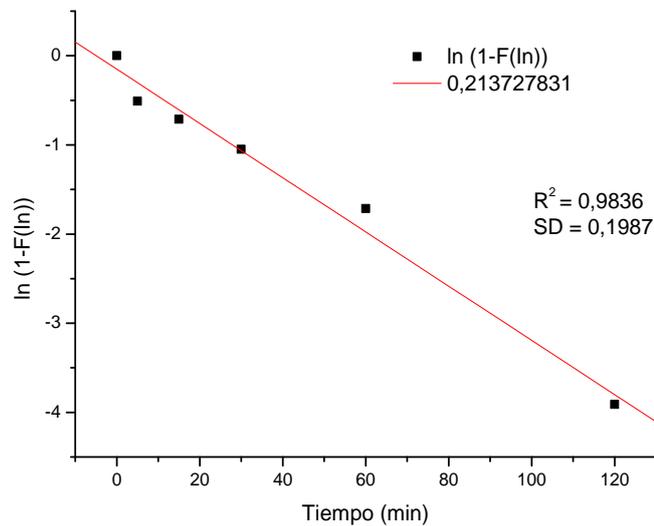


Figura 19: Proceso de difusión en capa límite para 0,1 gr de resina y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $\ln(1-F_{\text{cuad. In}})$

Tiempo (min)	F (In)	$\ln(1-F_{\text{cuad. In}})$
0	0	0
5	0,4	-0,17435339
15	0,51	-0,30124024
30	0,65	-0,54904684
60	0,82	-1,11596193
120	0,98	-3,22892616
180	1	

Tabla 11: Proceso de difusión en poro para 0,1 gr de resina y 0,1M HCl

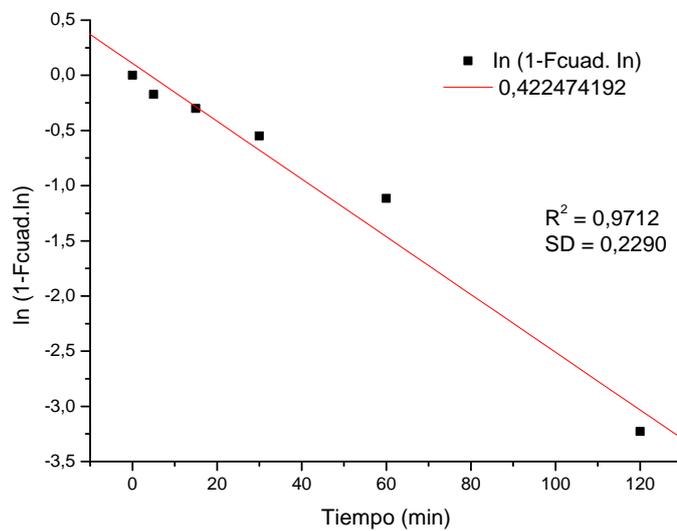


Figura 20: Proceso de difusión en poro para 0,1 gr de resina y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $3-3(1-F)^{2/3} - 2F$

Tiempo (min)	F (In)	$3-3(1-F)^{2/3} - 2F$
15	0,51	-0,8245984
30	0,65	-0,44993258
60	0,82	0,04360729
120	0,98	0,77895811
180	1	1

Tabla 12: Proceso de núcleo recesivo para 0,1 gr de resina y 0,1M HCl

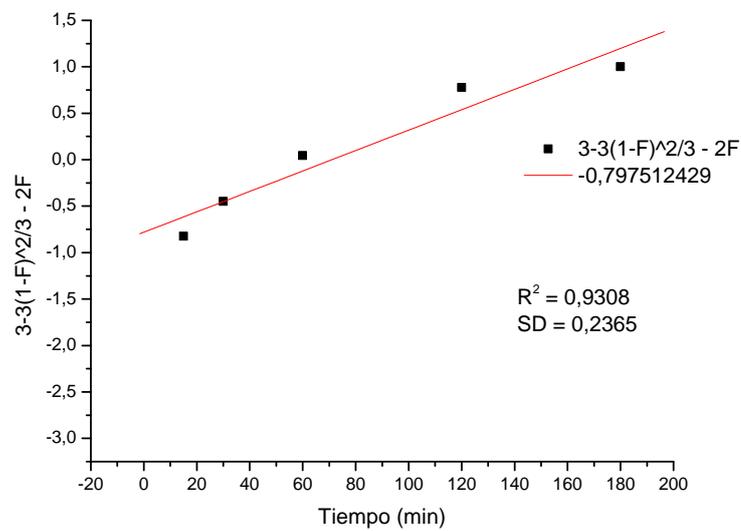


Figura 21: Proceso de núcleo recesivo para 0,1 gr de resina y 0,1M HCl

Observando los resultados obtenidos para este ensayo, mostrados en las tablas anteriores, se concluye que para una masa de 0,1gr de resina Lewatit K-2621 el mecanismo de adsorción de indio por la propia resina para una concentración de ácido clorhídrico de 0,1M viene controlado por la difusión en capa límite.

### Estudio del ajuste para 0,25gr de resina y una concentración de 0,1M de Ácido clorhídrico

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $\ln(1-F)$

Tiempo (min)	F (In)	$\ln(1-F)$
0	0	0
5	0,15	-0,16251893
15	0,31	-0,37106368
30	0,49	-0,67334455
60	0,71	-1,23787436
120	0,93	-2,65926004
180	1	

Tabla 13: Proceso de difusión en capa límite para 0,25 gr de resina y 0,1M HCl

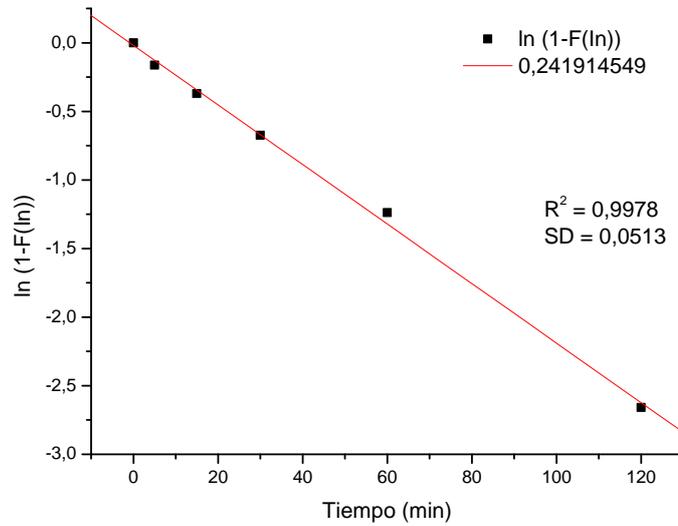


Figura 22: Proceso de difusión en capa límite para 0,25 gr de resina y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y Ln(1-Fcuad. ln)

Tiempo (min)	F (ln)	Ln(1-Fcuad. ln)
0	0	0
5	0,15	-0,02275699
15	0,31	-0,10103654
30	0,49	-0,27456843
60	0,71	-0,70138099
120	0,93	-2,00174003
180	1	

Tabla 14: Proceso de difusión en poro para 0,25 gr de resina y 0,1M HCl

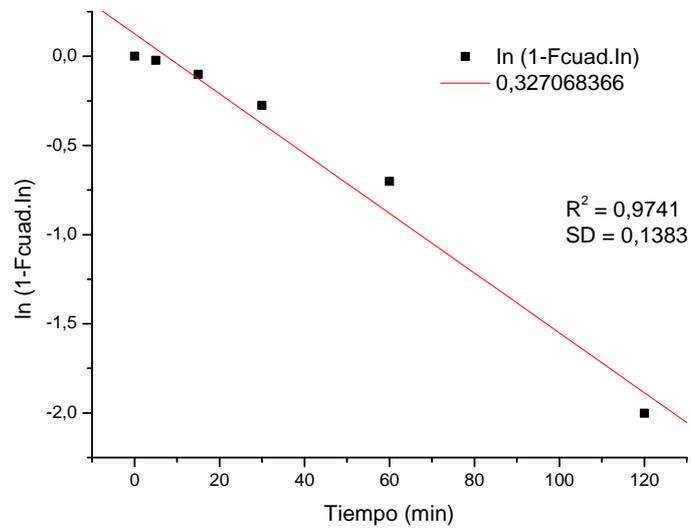


Figura 23: Proceso de difusión en poro para 0,25 gr de resina y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $3-3(1-F)^{2/3} - 2F$

Tiempo (min)	F (In)	$3-3(1-F)^{2/3} - 2F$
0	0	0
5	0,15	-3,29195134
15	0,31	-1,30254162
30	0,49	-0,87499674
60	0,71	-0,31437691
120	0,93	0,49045022
180	1	1

Tabla 15: Proceso de núcleo recesivo para 0,25 gr de resina y 0,1M HCl

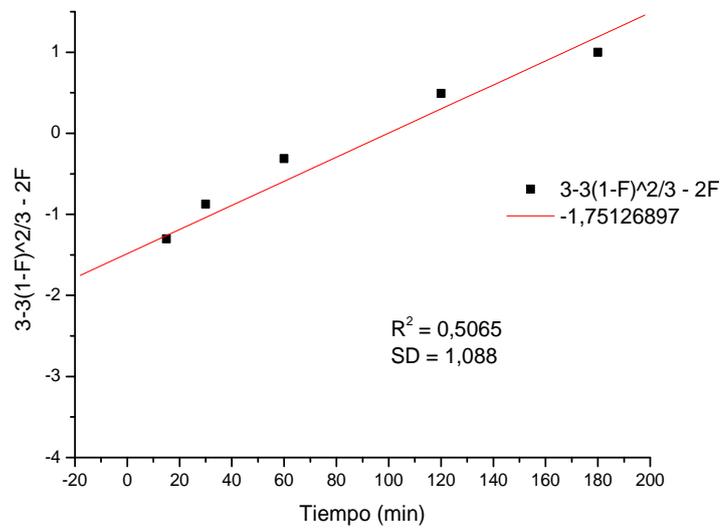


Figura 24: Proceso de núcleo recesivo para 0,25 gr de resina y 0,1M HCl

Observando los resultados obtenidos para este ensayo, mostrados en las tablas anteriores, se concluye que para una masa de 0,25gr de resina Lewatit K-2621 el mecanismo de adsorción de indio por la propia resina para una concentración de ácido clorhídrico de 0,1M viene controlado por la difusión en capa límite.

## Estudio del ajuste para 0,5gr de resina y una concentración de 0,1M de Ácido clorhídrico

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $\ln(1-F)$

Tiempo (min)	F (In)	Ln(1-F)
0	0	0
5	0,18	-0,19845094
15	0,4	-0,51082562
30	0,63	-0,99425227
60	0,84	-1,83258146
120	0,97	-3,5065579
180	1	

Tabla 16: Proceso de difusión en capa límite para 0,5 gr de resina y 0,1M HCl

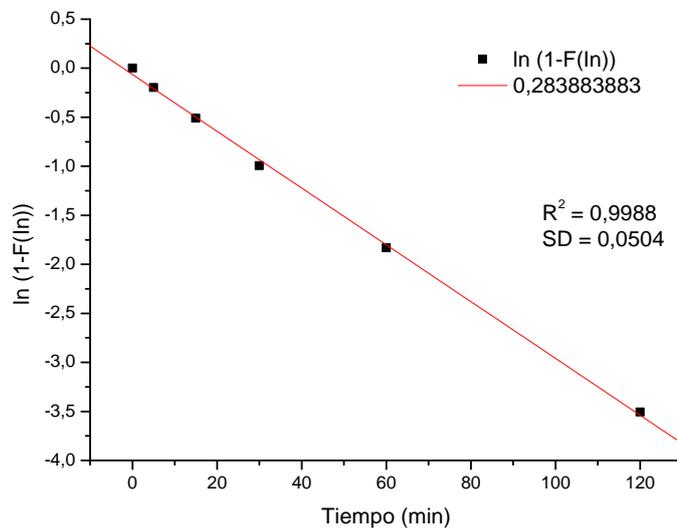


Figura 25: Proceso de difusión en capa límite para 0,5 gr de resina y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $\ln(1-F_{\text{cuad. In}})$

Tiempo (min)	F (In)	$\ln(1-F_{\text{cuad. In}})$
0	0	0
5	0,18	-0,0329365
15	0,4	-0,17435339
30	0,63	-0,50567226
60	0,84	-1,22281589
120	0,97	-2,82852435
180	1	

Tabla 17: Proceso de difusión en poro para 0,5 gr de resina y 0,1M HCl

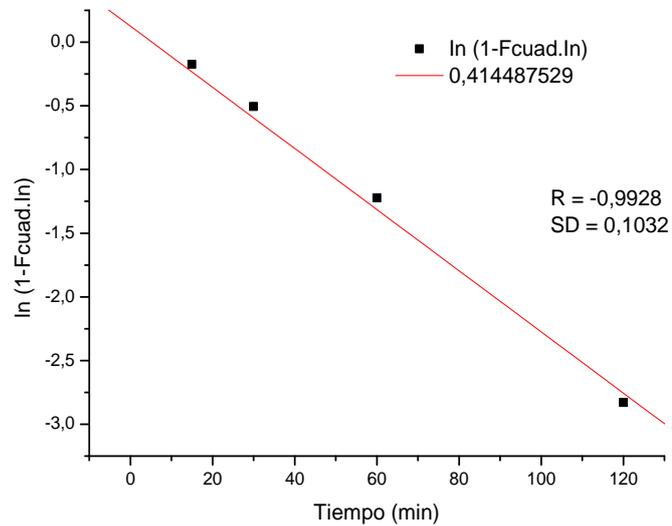


Figura 26: Proceso de difusión en poro para 0,5 gr de resina y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $3-3(1-F)^{2/3} - 2F$

Tiempo (min)	F (In)	$3-3(1-F)^{2/3} - 2F$
15	0,4	-1,09413598
30	0,63	-0,50616464
60	0,84	0,11583244
120	0,97	0,71035318
180	1	1

Tabla 18: Proceso de núcleo recesivo para 0,5 gr de resina y 0,1M HCl

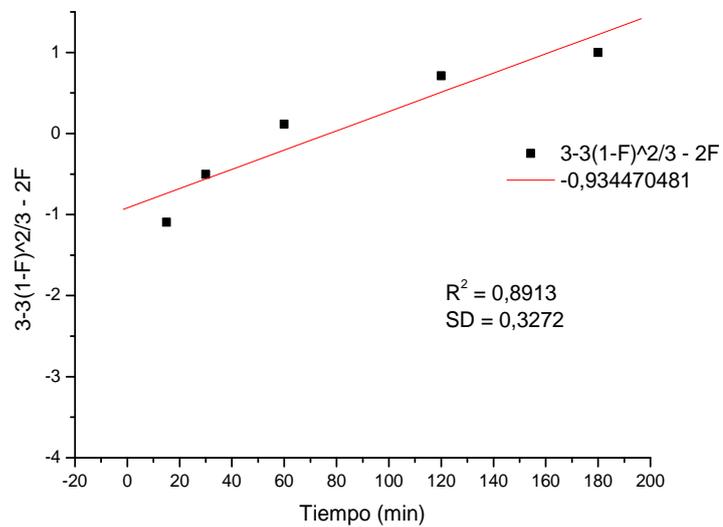


Figura 27: Proceso de núcleo recesivo para 0,5 gr de resina y 0,1M HCl

Observando los resultados obtenidos para este ensayo, mostrados en las tablas anteriores, se concluye que para una masa de 0,5gr de resina Lewatit K-2621 el mecanismo de adsorción de indio por la propia resina para una concentración de ácido clorhídrico de 0,1M viene controlado por la difusión en capa límite.

### **5.1.5.2 Variación de la cantidad de resina con una concentración de 0,5M de Ácido clorhídrico**

#### **Estudio del ajuste para 0,1gr de resina y una concentración de 0,5M de Ácido clorhídrico**

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $\ln(1-F)$

<b>Tiempo (min)</b>	<b>F (In)</b>	<b>Ln(1-F)</b>
0	0	0
5	0,28	-0,32850407
15	0,28	-0,32850407
30	0,53	-0,75502258
60	0,73	-1,30933332
120	0,86	-1,96611286
180	1	

Tabla 19: Proceso de difusión en capa límite para 0,1 gr de resina y 0,5M HCl

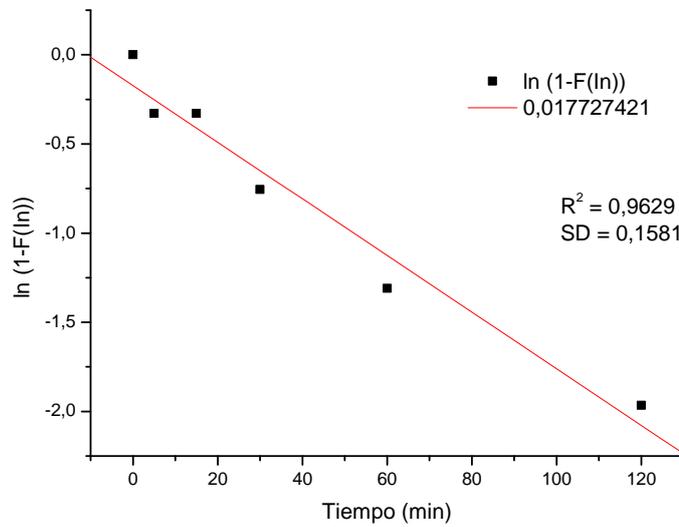


Figura 28: Proceso de difusión en capa límite para 0,1 gr de resina y 0,5M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y Ln(1-Fcuad. In)

Tiempo (min)	F (In)	Ln(1-Fcuad. In)
0	0	0
5	0,28	-0,08164399
15	0,28	-0,08164399
30	0,53	-0,32975485
60	0,73	-0,76121191
120	0,86	-1,34553637
180	1	

Tabla 20: Proceso de difusión en poro para 0,1 gr de resina y 0,5M HCl

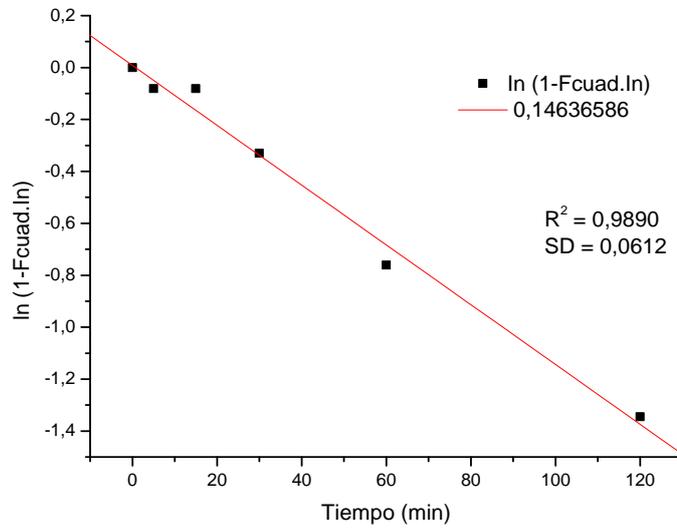


Figura 29: Proceso de difusión en poro para 0,1 gr de resina y 0,5M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $3-3(1-F)^{2/3} - 2F$

Tiempo (min)	F (ln)	$3-3(1-F)^{2/3} - 2F$
0	0	0
5	0,28	-3,00995862
15	0,28	-1,36995862
30	0,53	-0,77350947
60	0,73	-0,25322899
120	0,86	0,19114015
180	1	1

Tabla 21: Proceso de núcleo recesivo para 0,1 gr de resina y 0,5M HCl

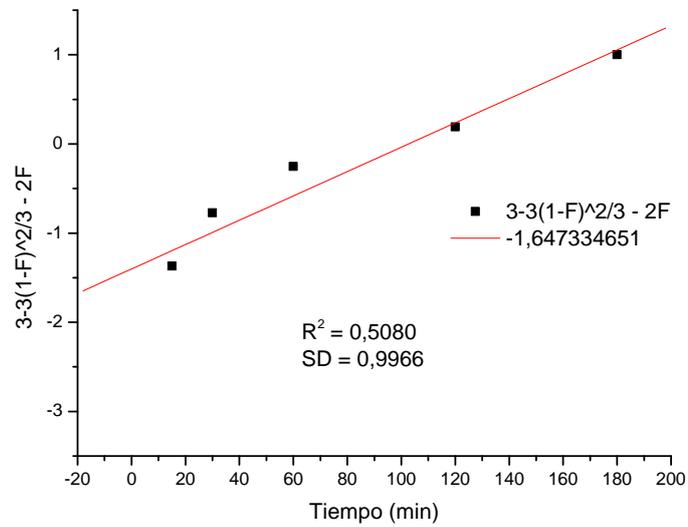


Figura 30: Proceso de núcleo recesivo para 0,1 gr de resina y 0,5M HCl

Observando los resultados obtenidos para este ensayo, mostrados en las tablas anteriores, se concluye que para una masa de 0,1gr de resina Lewatit K-2621 el mecanismo de adsorción de indio por la propia resina para una concentración de ácido clorhídrico de 0,5M viene controlado por la difusión en poro.

### 5.1.5.3 Variación de la concentración de indio en la disolución

Estudio del ajuste para 0,01g/L de indio y una concentración de 0,1M de Ácido clorhídrico

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $\ln(1-F)$

Tiempo (min)	F (In)	Ln(1-F)
0	0	0
5	0,15	-0,16251893
15	0,31	-0,37106368
30	0,49	-0,69314718
60	0,71	-1,23787436
120	0,93	-2,52572864
180	1	

Tabla 22: Proceso de difusión en capa límite para 0,01 g/L de indio y 0,1M HCl

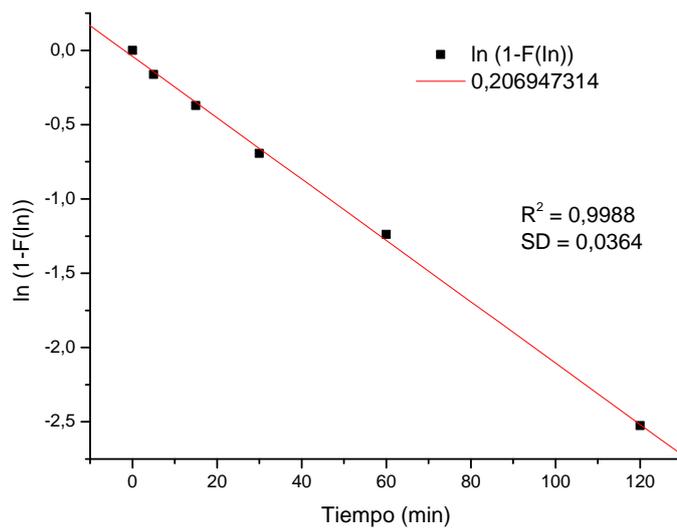


Figura 31: Proceso de difusión en capa límite para 0,01 g/L de indio y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $\ln(1-F_{\text{cuad. In}})$

Tiempo (min)	F (In)	$\ln(1-F_{\text{cuad. In}})$
0	0	0
5	0,15	-0,02275699
15	0,31	-0,10103654
30	0,49	-0,28768207
60	0,71	-0,70138099
120	0,93	-1,87340346
180	1	

Tabla 23: Proceso de difusión en poro para 0,01 g/L de indio y 0,1M HCl

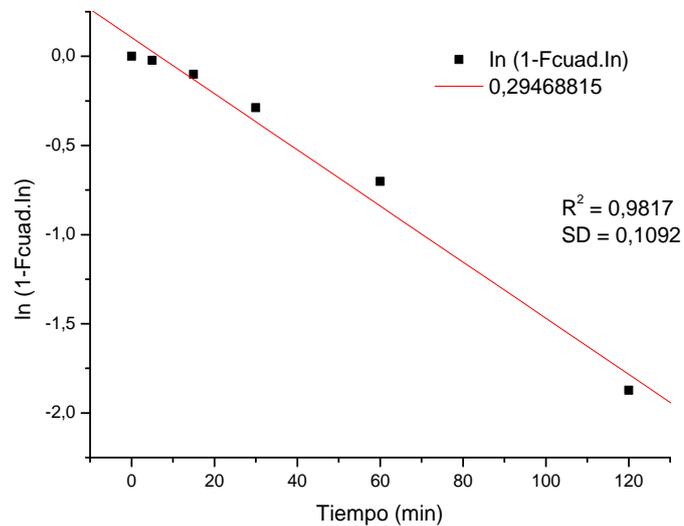


Figura 32: Proceso de difusión en poro para 0,01 g/L de indio y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $3-3(1-F)^{2/3} - 2F$

Tiempo (min)	F (In)	$3-3(1-F)^{2/3} - 2F$
15	0,31	-1,30254162
30	0,49	-0,84988157
60	0,71	-0,31437691
120	0,93	0,44300934
180	1	1

Tabla 24: Proceso de núcleo recesivo para 0,01 g/L de indio y 0,1M HCl

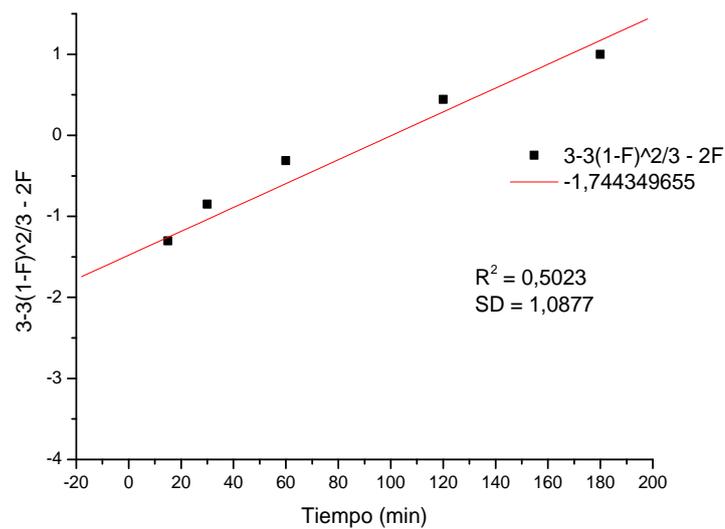


Figura 33: Proceso de núcleo recesivo para 0,01 g/L de indio y 0,1M HCl

Observando los resultados obtenidos para este ensayo, mostrados en las tablas anteriores, se concluye que para una concentración de 0,01gr/L de indio el mecanismo de adsorción del mismo por la resina para una concentración de ácido clorhídrico de 0,1M viene controlado por la difusión en capa límite.

## Estudio del ajuste para 0,05g/L de indio y una concentración de 0,1M de Ácido clorhídrico

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y Ln(1-F)

Tiempo (min)	F (In)	Ln(1-F)
0	0	0
5	0,17	-0,18632958
15	0,39	-0,49429632
30	0,6	-0,91629073
60	0,8	-1,60943791
120	0,96	-3,21887582
180	1	

Tabla 25: Proceso de difusión en capa límite para 0,05 g/L de indio y 0,1M HCl

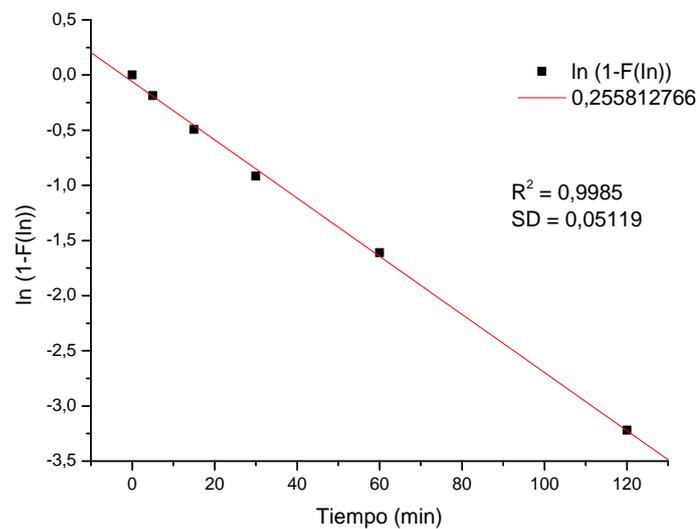


Figura 34: Proceso de difusión en capa límite para 0,05 g/L de indio y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $\ln(1-F_{\text{cuad. In}})$

Tiempo (min)	F (In)	$\ln(1-F_{\text{cuad. In}})$
0	0	0
5	0,17	-0,02932583
15	0,39	-0,16499257
30	0,6	-0,4462871
60	0,8	-1,02165125
120	0,96	-2,54593135
180	1	

Tabla 26: Proceso de difusión en poro para 0,05 g/L de indio y 0,1M HCl

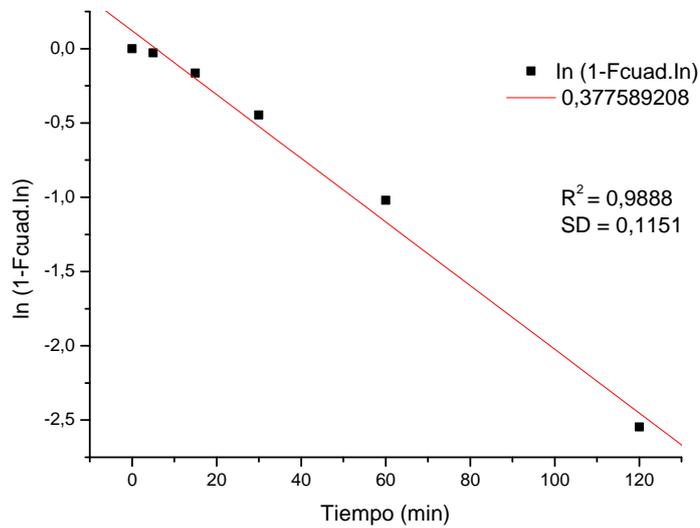


Figura 35: Proceso de difusión en poro para 0,05 g/L de indio y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $3-3(1-F)^{2/3} - 2F$

Tiempo (min)	F (In)	$3-3(1-F)^{2/3} - 2F$
15	0,39	-1,11778322
30	0,6	-0,58865057
60	0,8	-0,02598557
120	0,96	0,64911787
180	1	1

Tabla 27: Proceso de núcleo recesivo para 0,05 g/L de indio y 0,1M HCl

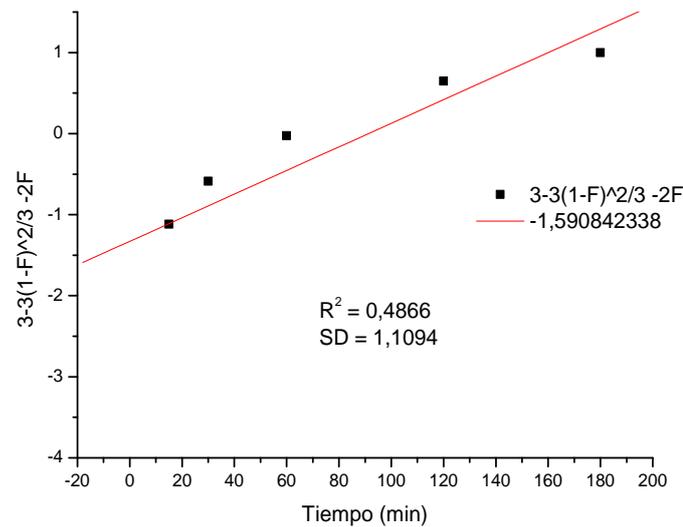


Figura 36: Proceso de núcleo recesivo para 0,05 g/L de indio y 0,1M HCl

Observando los resultados obtenidos para este ensayo, mostrados en las tablas anteriores, se concluye que para una concentración de 0,05gr/L de indio el mecanismo de adsorción del mismo por la resina para una concentración de ácido clorhídrico de 0,1M viene controlado por la difusión en capa límite.

## Estudio del ajuste para 0,1g/L de indio y una concentración de 0,1M de Ácido clorhídrico

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $\ln(1-F)$

Tiempo (min)	F (In)	Ln(1-F)
0	0	0
5	0,2	-0,22314355
15	0,48	-0,65392647
30	0,72	-1,27296568
60	0,82	-1,71479843
120	0,86	-1,96611286
180	1	

Tabla 28: Proceso de difusión en capa límite para 0,1 g/L de indio y 0,1M HCl

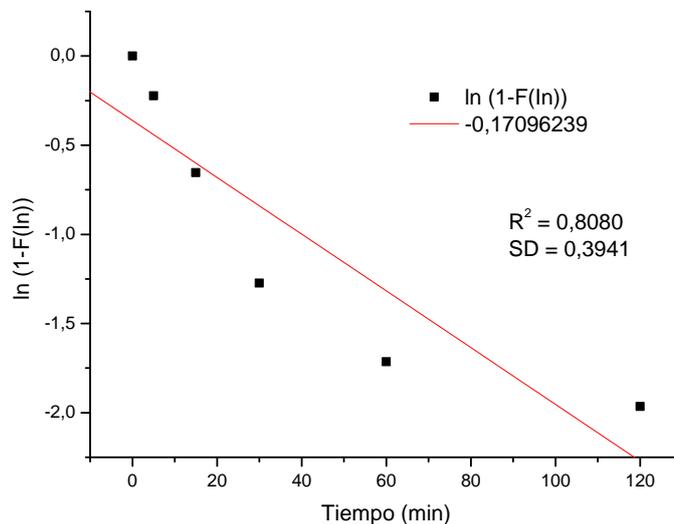


Figura 37: Proceso de difusión en capa límite para 0,1 g/L de indio y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $\ln(1-F_{\text{cuad. In}})$

Tiempo (min)	F (In)	$\ln(1-F_{\text{cuad. In}})$
0	0	0
5	0,2	-0,04082199
15	0,48	-0,26188438
30	0,72	-0,73064138
60	0,82	-1,11596193
120	0,86	-1,34553637
180	1	

Tabla 29: Proceso de difusión en poro para 0,1 g/L de indio y 0,1M HCl

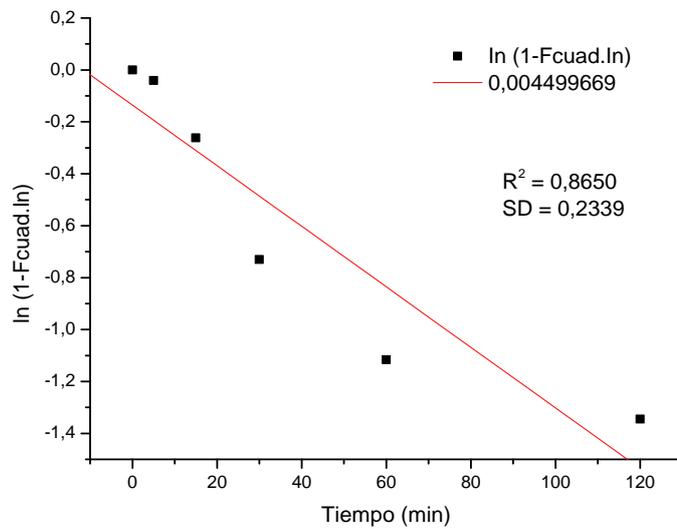


Figura 38: Proceso de difusión en poro para 0,1 g/L de indio y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $3-3(1-F)^{2/3} - 2F$

Tiempo (min)	F (In)	$3-3(1-F)^{2/3} - 2F$
15	0,48	-0,89994828
30	0,72	-0,24398498
60	0,82	0,04360729
120	0,86	0,19114015
180	1	1

Tabla 30: Proceso de núcleo recesivo para 0,1 g/L de indio y 0,1M HCl

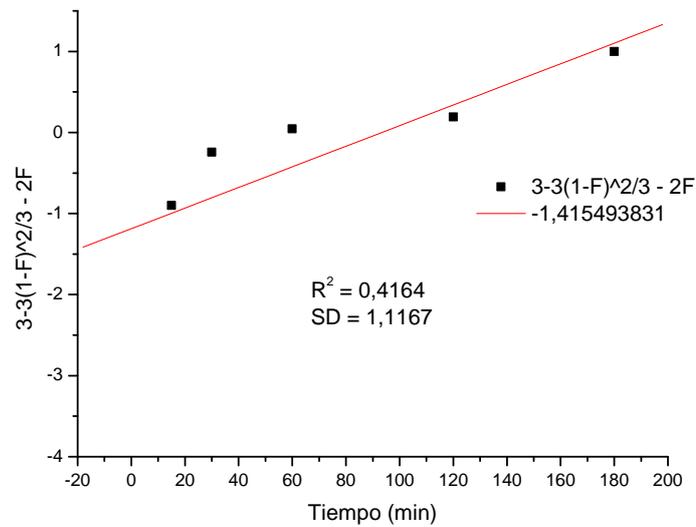


Figura 39: Proceso de núcleo recesivo para 0,1 g/L de indio y 0,1M HCl

Observando los resultados obtenidos para este ensayo, mostrados en las tablas anteriores, se concluye que para una concentración de 0,1gr/L de indio el mecanismo de adsorción del mismo por la resina para una concentración de ácido clorhídrico de 0,1M viene controlado por la difusión en poro.

### Estudio del ajuste para 0,25g/L de indio y una concentración de 0,1M de Ácido clorhídrico

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $\ln(1-F)$

Tiempo (min)	F (In)	Ln(1-F)
0	0	0
5	0,19	-0,21072103
15	0,56	-0,82098055
30	0,70	-1,2039728
60	0,86	-1,96611286
120	0,92	-2,52572864
180	1	

Tabla 31: Proceso de difusión en capa límite para 0,25 g/L de indio y 0,1M HCl

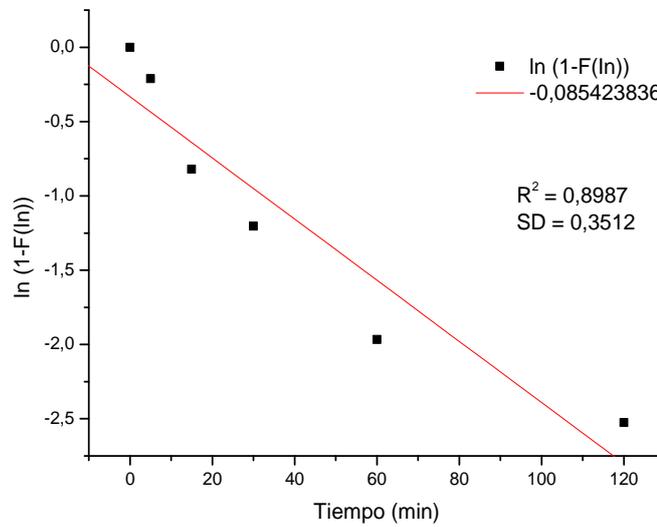


Figura 40: Proceso de difusión en capa límite para 0,25 g/L de indio y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y Ln(1-Fcuad. In)

Tiempo (min)	F (In)	Ln(1-Fcuad. In)
0	0	0
5	0,19	-0,03676772
15	0,56	-0,37629473
30	0,70	-0,67334455
60	0,86	-1,34553637
120	0,92	-1,87340346
180	1	

Tabla 32: Proceso de difusión en poro para 0,25 g/L de indio y 0,1M HCl

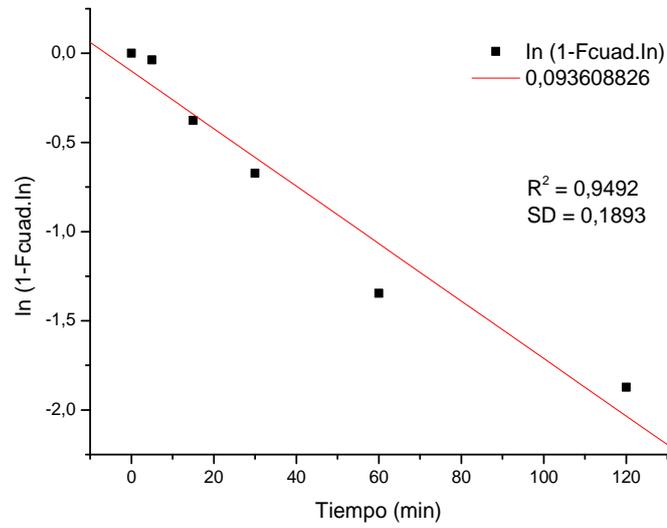


Figura 41: Proceso de difusión en poro para 0,25 g/L de indio y 0,1M HCl

Valor de la fracción de aproximación al equilibrio (F) y  $3-3(1-F)^{2/3} - 2F$

Tiempo (min)	F (In)	$3-3(1-F)^{2/3} - 2F$
15	0,56	-0,69549369
30	0,70	-0,30442142
60	0,86	0,19114015
120	0,92	0,44300934
180	1	1

Tabla 33: Proceso de núcleo recesivo para 0,25 g/L de indio y 0,1M HCl

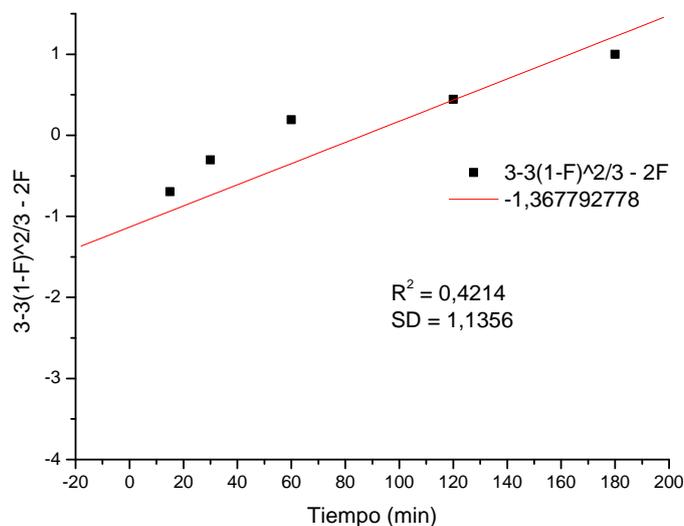


Figura 42: Proceso de núcleo recesivo para 0,25 g/L de indio y 0,1M HCl

Observando los resultados obtenidos para este ensayo, mostrados en las tablas anteriores, se concluye que para una concentración de 0,01gr/L de indio el mecanismo de adsorción del mismo por la resina para una concentración de ácido clorhídrico de 0,1M viene controlado por la difusión en poro.

### **5.1.6 Estudio de la selectividad Indio / Hierro (III)**

Para el estudio de la influencia de la selectividad Indio / Hierro se realizaron ensayos con unas concentraciones iniciales de 0,1gr/L de Indio y 0,05gr/L de Hierro empleando una fase acuosa de 200mL de solución con una concentración de 0,1M de Ácido Clorhídrico, una masa de 0,1gr de la resina Lewatit K-2621 y una velocidad de agitación de 130 rpm ya que como analizamos anteriormente se trata de la velocidad óptima para el proceso de adsorción.

Los resultados se muestran en la Tabla 34 y se han representado en la Figura 43 para poder obtener las conclusiones para este ensayo.

Tiempo (min)	% Adsorbido	
	Indio	Hierro
0	0	0
5	5	3
15	9	9
30	10	15
60	10	20
120	10	26
180	10	28

Tabla 34: Estudio de la selectividad Indio / Hierro

### Selectividad Indio / Hierro

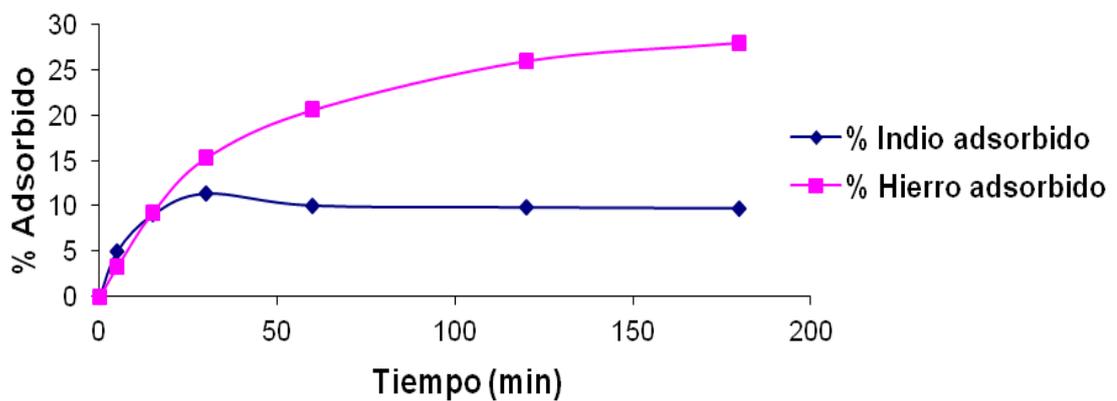


Figura 43: Estudio de la selectividad Indio / Hierro

Como podemos observar en el gráfico, para este caso la cantidad de hierro adsorbida por la resina es mucho mayor que la cantidad de indio, permaneciendo esta última constante a partir de los treinta minutos en un valor aproximado de un 10% de adsorción.

Calculamos los coeficientes de distribución para analizar si los dos elementos se separarán o no.

Para ello calculamos tanto la concentración de metal en la resina (mg/Kg) como la concentración de metal en la disolución (mg/L) realizando por último el cociente entre ambos valores. Si el resultado es mayor que uno podemos decir que sí se separarán, si es menor que uno no será posible separarlos.

$D_{In}$ (L/Kg)	$D_{Fe}$ (L/Kg)	$D_{In} / D_{Fe}$
1069,315	3858,521	0,27

Tabla 35: Coeficientes de distribución In / Fe

Teniendo en cuenta lo explicado en el párrafo anterior, podemos afirmar que estos elementos no se van a poder separar.

### 5.1.7 Estudio de la selectividad Indio / Cobre (II)

Para el estudio de la influencia de la selectividad Indio / Cobre se realizaron ensayos con unas concentraciones iniciales de 0,1gr/L de Indio y 0,05gr/L de Cobre empleando una fase acuosa de 200mL de solución con una concentración de 0,1M de Ácido Clorhídrico, una masa de 0,1gr de la resina Lewatit K-2621 y una velocidad de agitación de 130 rpm ya que como analizamos anteriormente se trata de la velocidad óptima para el proceso de adsorción.

Los resultados se muestran en la Tabla 36 y se han representado en la Figura 44 para poder obtener las conclusiones para este ensayo

Tiempo (min)	% Adsorbido	
	Indio	Cobre
0	0	0
5	8	5
15	12	8
60	16	12
120	18	12
180	20	12

Tabla 36: Estudio de la selectividad Indio / Cobre

### Selectividad Indio / Cobre

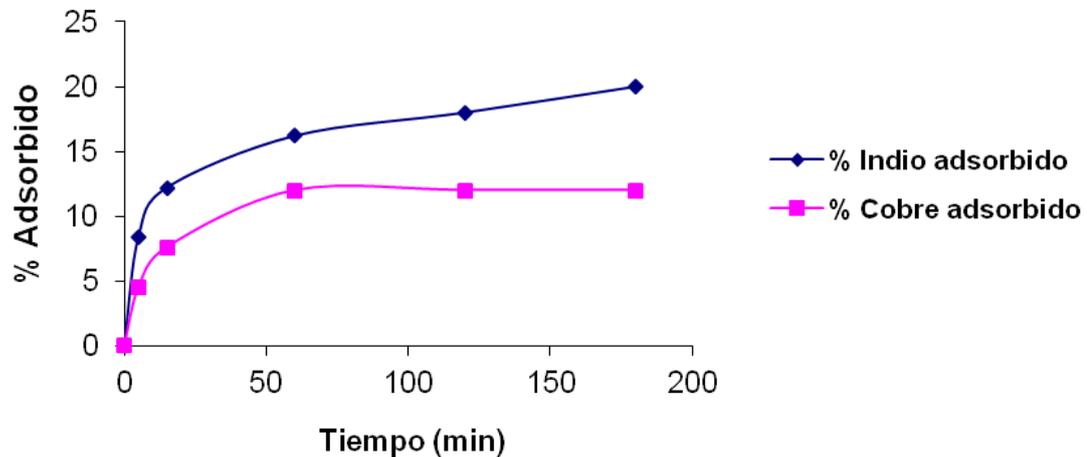


Figura 44: Estudio de la selectividad Indio / Cobre

Como podemos observar en el gráfico, para este caso la cantidad de indio adsorbida por la resina es prácticamente el doble que la cantidad de cobre, permaneciendo esta última constante a partir de los sesenta minutos en un valor aproximado de un 12% de adsorción.

Calculamos los coeficientes de distribución para analizar si los dos elementos se separarán o no.

Para ello calculamos una vez más tanto la concentración de metal en la resina (mg/Kg) como la concentración de metal en la disolución (mg/L) realizando por último el cociente entre ambos valores. Si el resultado es mayor que uno podemos decir que sí se separarán, si es menor que uno no será posible separarlos.

$D_{In}$ (L/Kg)	$D_{Cu}$ (L/Kg)	$D_{In} / D_{Cu}$
2487,36	1335,65	1,86

Tabla 37: Coeficientes de distribución In / Cu

Teniendo en cuenta lo explicado en el párrafo anterior, podemos afirmar que estos elementos sí se van a poder separar.

### **5.1.8 Estudio de la selectividad Indio / Zinc (II)**

Para el estudio de la influencia de la selectividad Indio / Zinc se realizaron ensayos con unas concentraciones iniciales de 0,1gr/L de Indio y 0,05gr/L de Zinc empleando una fase acuosa de 200mL de solución con una concentración de 0,1M de Ácido Clorhídrico, una masa de 0,1gr de la resina Lewatit K-2621 y una velocidad de agitación de 130 rpm ya que como analizamos anteriormente se trata de la velocidad óptima para el proceso de adsorción.

Los resultados se muestran en la Tabla 38 y se han representado en la Figura 45 para poder obtener las conclusiones para este ensayo.

Tiempo (min)	% Adsorbido	
	Indio	Zinc
0	0	0
5	4	4
15	9	4
30	11	4
60	13	4
120	13	4
180	13	4

Tabla 38: Estudio de la selectividad Indio / Zinc

### Selectividad Indio / Zinc

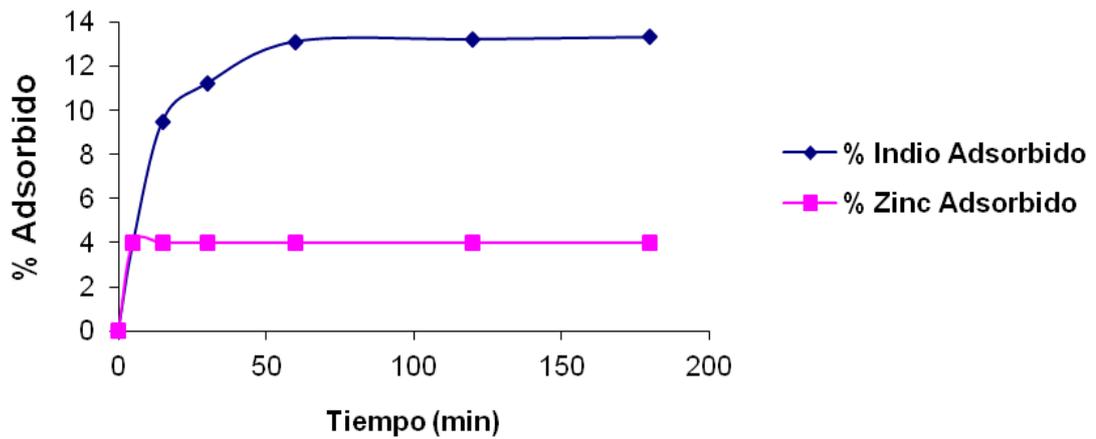


Figura 45: Estudio de la selectividad Indio / Zinc

Como podemos observar en el gráfico, para este caso la cantidad de indio adsorbida por la resina es prácticamente tres veces mayor que la cantidad de cobre, permaneciendo esta última constante a partir de los cinco minutos en un valor aproximado de un 4% de adsorción y la de indio a los sesenta minutos en un valor del 13% de adsorción.

Calculamos los coeficientes de distribución para analizar si los dos elementos se separarán o no.

Para ello calculamos una vez más tanto la concentración de metal en la resina como la concentración de metal en la disolución realizando por último el cociente entre ambos valores. Si el resultado es mayor que uno podemos decir que sí se separarán, si es menor que uno no será posible separarlos.

$D_{In}$ (L/Kg)	$D_{Zn}$ (L/Kg)	$D_{In} / D_{Zn}$
1326,41	564,10	2,35

Tabla 39: Coeficientes de distribución In / Zn

Teniendo en cuenta lo explicado en el párrafo anterior, podemos afirmar que estos elementos sí se van a poder separar.

## **5.2 Elución del indio adsorbido por la resina**

En el presente sistema, y como medio de elución del metal cargado en la fase resina, se han estudiado previamente varias concentraciones y volúmenes de nuestro eluyente (Ácido Clorhídrico). Se ha llevado a cabo la elución en un proceso en discontinuo para seleccionar las condiciones más apropiadas para nuestro trabajo.

### 5.2.1 Selección de la concentración de Ácido Clorhídrico

En un primer paso, se realiza la adsorción del indio por lo que se pusieron en contacto 200 mL de disolución con una concentración de 0,1g/L de indio y 0,1M de Ácido Clorhídrico

Se trabajo con una masa de 0,25gr de resina Lewatit K-2621, una velocidad de agitación de 130 rpm y una temperatura de unos 20°C.

Una vez transcurridas dos horas se consideró el final de esta parte del ensayo y se procedió a la filtración de la resina manteniéndola después 24 horas secando.

Tras esto se llevo a cabo la elución, para lo cual se añadieron 50mL de eluyente con las concentraciones de 0,5M y 2M de Ácido Clorhídrico.

Los resultados se muestran en la Tabla 40 y se han representado en la Figura 46 para poder obtener las conclusiones para este ensayo.

Tiempo (min)	% Indio eluido	
	0,5M	2M
0	0	0
15	77	96
30	80	95
60	81	96

Tabla 40: Elución de indio variando la concentración de ácido clorhídrico

## Elución de Indio variando la concentración de Ácido Clorhídrico

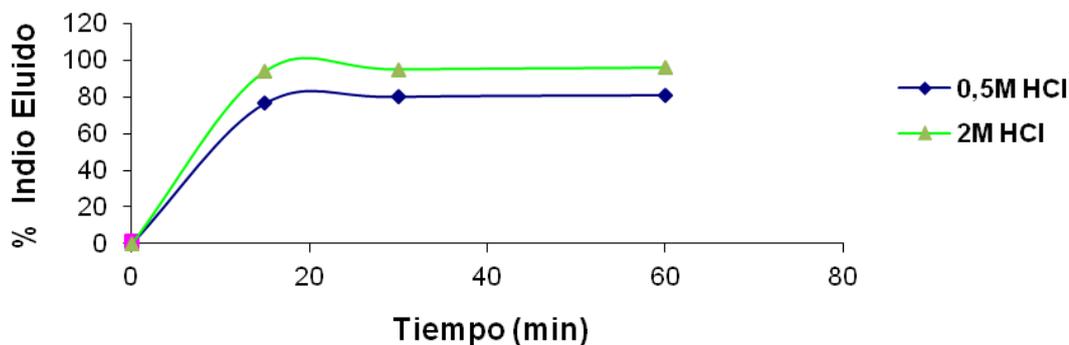


Figura 46: Elución de indio variando la concentración de ácido clorhídrico

Estos datos demuestran que a pesar de que ambas opciones nos ofrecen unos valores muy elevados de indio eluido, el hecho de aumentar en cuatro veces la concentración de ácido clorhídrico nos aumenta la cantidad de indio en un 15% aproximadamente.

Observamos que como se indica en la tabla ambos valores sobrepasan el 80% de indio eluido.

### 5.2.2 Selección del volumen de eluyente

Como en el caso anterior, se realiza en primer lugar la adsorción del indio por lo que se pusieron en contacto 200 mL de disolución con una concentración de 0,1g/L de indio y 0,1M de Ácido Clorhídrico.

Se trabajó con una masa de 0,25gr de resina Lewatit K-2621, una velocidad de agitación de 130 rpm y una temperatura de unos 20°C.

Una vez más, transcurridas dos horas se consideró el final de esta parte del ensayo y se procedió a la filtración de la resina manteniéndola después 24 horas secando.

Tras esto se llevo a cabo la elución, para lo cual se variaron los volúmenes de 50mL a 25 mL de eluyente con una concentración de 0,5M de Ácido Clorhídrico.

Los resultados se muestran en la Tabla 41 y se han representado en la Figura 47 para poder obtener las conclusiones para este ensayo.

Tiempo (min)	% Indio eluido	
	50mL	25mL
0	0	0
15	77	81
30	80	86
60	81	88

Tabla 41: Elución de indio variando el volumen de eluyente

### Elución de Indio mediante Ácido Clorhídrico variando el volumen del eluyente

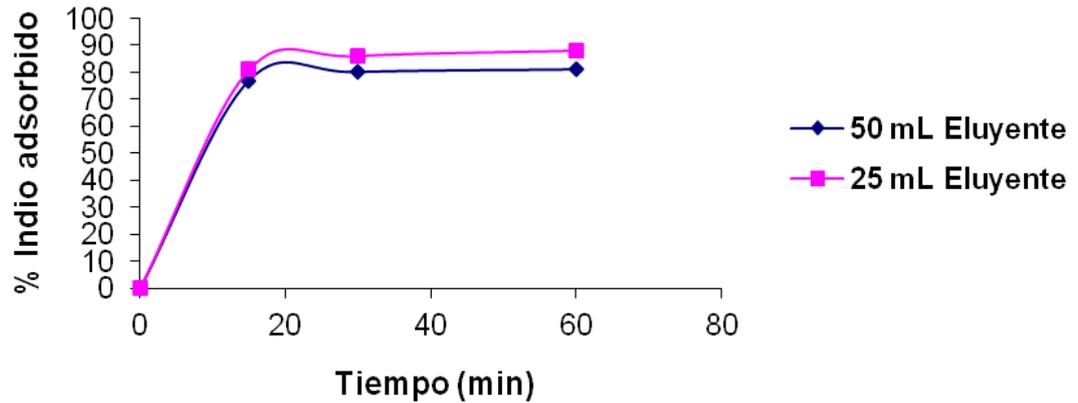


Figura 47: Elución de indio variando el volumen de eluyente

En este caso, los datos demuestran que el hecho de duplicar el volumen de eluyente, nos aumenta la cantidad de indio únicamente en un 7% aproximadamente por lo que no parece muy interesante aumentar tanto dicho volumen.

Observamos que como se indica en la tabla ambos valores sobrepasan del mismo modo que en el caso anterior el 80% de indio eluido.

## **CAPÍTULO 6: CONCLUSIONES**

- La resina Lewatit K-2621 es adecuada para su aplicación en la eliminación de indio de efluentes industriales puesto que ha dado unos resultados óptimos en prácticamente todos los ensayos realizados a lo largo del trabajo.

- Los estudios de los mecanismos de adsorción del indio por parte de la resina Lewatit K-2621 muestran que es un proceso controlado por la difusión en capa límite cuando estamos trabajando con las concentraciones más bajas tanto de indio como de ácido clorhídrico pero que sin embargo pasa a ser un proceso controlado por difusión en poro cuando la concentración de cualquiera de las dos sustancias adquiere valores mayores.

Cabe mencionar que en ningún caso se ha dado el proceso por movimiento límite.

- El volumen de eluyente utilizado no varía en gran medida la cantidad de indio eluida, sino que es la concentración de ácido clorhídrico la que realmente influye el proceso de elución

- El uso de Ácido Clorhídrico en una concentración de 2M como eluyente permite la recuperación casi total del indio adsorbido

## **CAPÍTULO 7. BIBLIOGRAFÍA**

- ALGUACIL, F.J. (2003): The removal of Toxic Metals from Liquid Effluents by ion Exchange Resins. "Revista de Metalurgia", pp. 205-209.
  
- APPLGATE, L.E. (1984): Membrane Separation Processes. Chem. Eng. 91 (12), pp. 64-89
  
- BAES, C.F. Jr. y MESMER, R.E. (1977): The Hydrolysis of Cations. John Wiley & Sons, New York, pp.489
  
- BAILES, P.J., HANSON, C. Y HUGHES, M.A. (1976): Liquid-Liquid Extraction: Metals. Chem. Eng. 83 (18), pp. 86-94
  
- BENEDETTO, J.S. (1999): Recuperação de Índio a partir de Efluente Industrial do Minério de Zinco. Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, Brazil, p. 150. D.Sc. Thesis, Department of Chemical Engineering.
  
- BHATIA, S. Y JUMP, R. (1977): Metal Recovery Makes Good Sense!. Environ. Sci. Technol. 11 (8), pp. 752-755
  
- BOLTO, B.A. Y PAWLOWSKI, L. (1987): Wastewater Treatment by Ion-Exchange. E. and F.N. Spoon Ltd., London, p.262
  
- BOLUFER, P. (2008): El Índio, Un Elemento Revalorizado. Revista online. Instituto Químico de Sarrià
  
- BROWN, M.J. y LESTER, J.N. (1979): Metal Removal in Activated Sludge: The Role of Bacterial Extracellular Polymers. Water Res 13 (9), pp. 817-837.

- CHANDA, M. y REMPEL, G.L. (1994): Solvent Extr. Ion Exch. Vol. 33, pp. 623-630
  
- CHIARIZIA, R., HORWITZ, E.P. y ALEXANDRATOS, S.D. (1994): Solvent Extr. Ion Exch. Vol. 12, pp. 211-237
  
- DABROWSKI, A. HUBICKI, Z. PODKOSCIELNY, P. y ROBENS, E. (2004): Selective Removal of the Heavy Metal Ions from Waters and Industrial Wastewaters by Ion-Exchange Method. Chemosphere, pp. 97-100
  
- FORTES, M.C.B., MARTINS, A.H., BENEDETTO, J.S. (2000): Estado do Conhecimento Sobre a Extração por Solventes na Recuperação de Índio. In: Simpósio Mínero-Metalúrgico, 11, e Encontro de Mineração, Metalurgia e Materiais, 8, da Universidade Federal de Minas Gerais–UFMG, Belo Horizonte/MG, Brazil.
  
- GARCÍA DÍAZ, I. (2012): Estudio del Sistema In(III) - H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - Líquido Iónico PJMTH<sup>+</sup>HSO<sub>4</sub><sup>-</sup> Mediante una Tecnología Avanzada de Membranas Líquidas. Trabajo Fin de Máster, Universidad Rey Juan Carlos.
  
- GUPTA, C.K. y MUKHERJEE, T.K. (1990): Hidrometallurgy in Extraction Proceses. Volume II. Editorial CRC Press, USA, pp. 63-71.
  
- HABASHI, F. (1997): In: Handbook of Extractive Metallurgy. Wiley- VCH, New York, p. 1997, vol. I, p. 488.
  
- HERNÁNDEZ GARCÍA, V. (2005): Estudio del Sistema de Cambio Iónico Cromo (III) – Amberlita 200. Trabajo Fin de Carrera, Universidad Rey Juan Carlos.
  
- HUBICKI, Z., JAKOWICZ, A. y LODYGA, A. (1999): Application of the Ions from Waters and Sewages, Studies in surface science and catalysis, 120, pp. 497-531

- 
- KONDO, K., SUMI, H., MATSUMO, M. (1996): Adsorption Characteristics of Metal Ions on Chitosan Chemically Modified by D-galactose. *Separation Science and Technology* 31 (12), pp. 1771–1775.
  
  - MAEDA, H., EGAWA, H. (1991): Removal and Recovery of Gallium and Indium Ions in Acidic Solution with Chelating Resin Containing Aminomethylphosphonic Acid Groups. *Journal of Applied Polymer Science* 42 (3), pp. 737–741.
  
  - PETRUZZELLI, D., PAGANO, M., TIRAVANTI, G. y PASSINO, R. (1999): Lead Removal & Recovery from Battery Wastewaters by Natural Zeolite Clinoptilolite. *Solvent Extr. Ion Exch.* 17, pp. 677-694.
  
  - PINTO, D.V.B.S. (1991): Recuperação de Ítrio e Terras Raras Através da Eletroeluição de Resinas Poliméricas. Fundação de Tecnologia Industrial, Lorena. Master degree in Chemical Engineering.
  
  - SAHA, B., IGLESIAS, M., CUMMING, J.W. y STREAT, M. (2000): Solvent Extraction Ion Exchange Vol. 18, pp. 135-145.
  
  - SARKAR, B. (2002): Heavy Metals in the Environment. Editorial Marcel Dekker, inc., New York, pp. 271-303.
  
  - SEKINE, K., MASUDA, H., ISHIBASHI, K., HIRAI, M., TOMOSHIGE, S., KONDO, K. (1985): Method of Selective Separation and Concentration of Gallium and/or Indium from Solutions Containing Low Levels of them and High Levels of Other Metal Ions. USPATENT 4,517,096.

- SOLDATOV, V.S., SHUNKEVICH, A.A., SERGEEV, G.I. (1988): Synthesis, Structure and Properties of New Fibrous Ion Exchangers, *React. Polym. Ion Exch. Sorbents* 7, pp. 159-172.
  
- TOWNSEND, R.P., FLANINGEN, E.M. Y JANSON, J.C. (1991): *Studies in Surface Science and Catalysis. Introduction to Zeolite Science and Practice*. Elsevier Science Publishers, Amsterdam, pp. 359-390.
  
- YUCHI, A., SATO, T., MORIMOTO, Y., MIZUNO, H., WADA, H. (1997): Adsorption Mechanism of Trivalent Metal Ions on Chelating Resins Containing Iminodiacetic Acid Groups with Reference to Selectivity. *Analytical Chemistry* 69 (15), pp. 2941–2944.

## **CAPÍTULO 8: PRESUPUESTO**

### **1- RELACIÓN DE PRECIOS**

#### **1.1- Introducción**

A continuación se detallan los costes del material empleado, así como los gastos ocasionados por la realización de los ensayos en el laboratorio.

Estos datos han servido para la elaboración del presupuesto del proceso realizado.

#### **1.2- Ensayos y operaciones**

- Mano de obra

- Un investigador: 70 €/h

- Un ingeniero: 60€/h

- Un ayudante de laboratorio: 30€/h

TOTAL: 160 €/h

- Análisis mediante absorción atómica Perkin Elmer 1100B: 30 €/u

#### **1.3- Materiales y precios**

- Ensayos del proceso de intercambio iónico

- Motor agitador: 900 €/u

- Hierro: 15 €/L

- Pipetas: 250 €/u

- Zinc: 20 €/L

- Ácido clorhídrico: 15 €/L

- Otros materiales de laboratorio: 40 €

- Indio: 25 €/L

- Cobre: 20 €/L

## 2- CONFECCIÓN DEL PRESUPUESTO

### 2.1- Introducción

El presupuesto será aumentado en un 10% sobre el valor real debido a los consumos eléctricos de los diferentes equipos y al alquiler de los mismos.

### 2.2- Costes

Los precios totales serán calculados como el producto del precio unitario de cada concepto por el número de unidades utilizadas y se muestran en la siguiente tabla:

<b>COSTES TOTALES</b>			
Concepto	Precio (€)	Cantidad	Coste (€)
Motor agitador	900	2	1800
Pipetas	250	2	500
Ácido Clorhídrico	15	1	15
Indio	25	2	50
Cobre	20	1	20
Hierro	15	1	15
Zinc	20	1	20
Otros materiales de laboratorio (unidad)	40	4	160
Análisis de adsorción atómica (unidad)	30	120	3600
Mano de obra (hora)	160	100	1600

Tabla 42: Costes totales

### 3- PRESUPUESTO

El presupuesto se ha confeccionado sumando los costes totales de la tabla anterior.

**TOTAL: 7780 €**

Si se aumenta este valor en un 10%, se obtiene el valor total del presupuesto.

**VALOR TOTAL DEL PRESUPUESTO: 8560 €**