

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**“OBTENCIÓN DEL ÁCIDO BÓRICO A PARTIR DEL
MINERAL DE ULEXITA”**

TESIS

**PRESENTADA POR:
DELIA CARITA FLORES**

**PARA OPTAR EL TÍTULO DE:
INGENIERO QUÍMICO**

PUNO - PERÚ

2016

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA

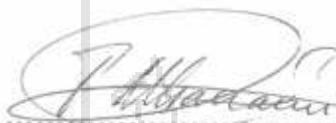
“OBTENCIÓN DEL ÁCIDO BÓRICO A PARTIR DEL MINERAL
DE ULEXITA”

TESIS PRESENTADA POR:
DELIA CARITA FLORES

OPTAR EL TÍTULO DE INGENIERO QUÍMICO

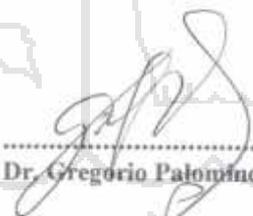
APROBADA POR EL JURADO REVISOR CONFORMADO POR:

PRESIDENTE



Dr. Francisco Albarracín Herrera

PRIMER MIEMBRO :



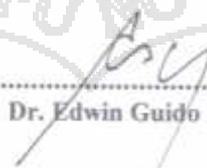
Dr. Gregorio Palomino Cuela

SEGUNDO MIEMBRO :



M. Sc. German Quille-Calizaya

DIRECTOR DE TESIS :



Dr. Edwin Guido Boza Condorena

PUNO-PERÚ

2016

LINEA: Tecnologías de producción industrial

TEMA: Procesos químicos



DEDICATORIA

A Dios,

mis padres,

y mis hermanos.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a todas las personas e instituciones que, en la forma de orientación, ayuda y estímulo fueron fundamentales para la realización de este trabajo.

Especialmente a:

Mis padres, por el apoyo incondicional, la cual me ha permitido lograr mis objetivos tan anhelados. A mis hermanos por comprenderme y apoyarme en los momentos más difíciles.

A la empresa Minera Ananea, por haberme apoyado y capacitado en procesos metalúrgicos de tratamiento de minerales auríferos.

A la Universidad Nacional del Altiplano y Facultad de Ingeniería Química, por la formación profesional brindada.

Hago testimonio de mi más sincera gratitud, a todas las personas que han colaborado en la realización de este trabajo.

INDICE GENERAL

RESÚMEN

INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO I**PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA, ANTECEDENTES, OBJETIVOS Y JUSTIFICACIÓN**

1.1	PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	12
1.2	ANTECEDENTES.....	13
1.3	OBJETIVOS DEL ESTUDIO.....	15
1.3.1	OBJETIVO GENERAL.....	15
1.3.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	15
1.3	1.4 JUSTIFICACIÓN.....	16

CAPÍTULO II**MARCO TEÓRICO, MARCO CONCEPTUAL E HIPÓTESIS**

2.1	ULEXITA.....	18
2.2	BÓRAX.....	19
2.3	RESERVAS DEL MINERAL DE ULEXITA.....	20
2.4	LIXIVIACIÓN DE ULEXITA CON ÁCIDO SULFÚRICO PARA PRODUCIR ÁCIDO BÓRICO.....	21
2.5	CRISTALIZACIÓN.....	23
2.6	SOLUBILIDAD DE LAS SALES Y LA TEMPERATURA.....	24
2.7	CRECIMIENTO Y PROPIEDADES DE LOS CRISTALES.....	25
2.8	ÁCIDO BÓRICO.....	26
2.9	PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DEL ÁCIDO BÓRICO.....	27
2.10	APLICACIONES DE ÁCIDO BÓRICO.....	27
2.11	FACTORES QUE AFECTAN EN LA EXTRACCIÓN DE B ₂ O ₃	28
2.11.1	EFFECTO DEL TAMAÑO DE LA PARTICULA.....	28

2.11.2 REACCIÓN ALCALINA DEL BÓRAX	29
2.11.3 DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DE LAS VARIABLES Y CONSTANTES DE OPERACIÓN	29
2.11.4 INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA EN LA VELOCIDAD DE REACCIÓN	30
2.11.5 LA CANTIDAD DE AGUA COMO FACTOR LIMITANTE	31
2.12 MARCO CONCEPTUAL.....	31
2.13 HIPÓTESIS	32
2.13.1 HIPÓTESIS GENERAL	32
2.13.2 HIPÓTESIS ESPECÍFICA	32

CAPÍTULO III

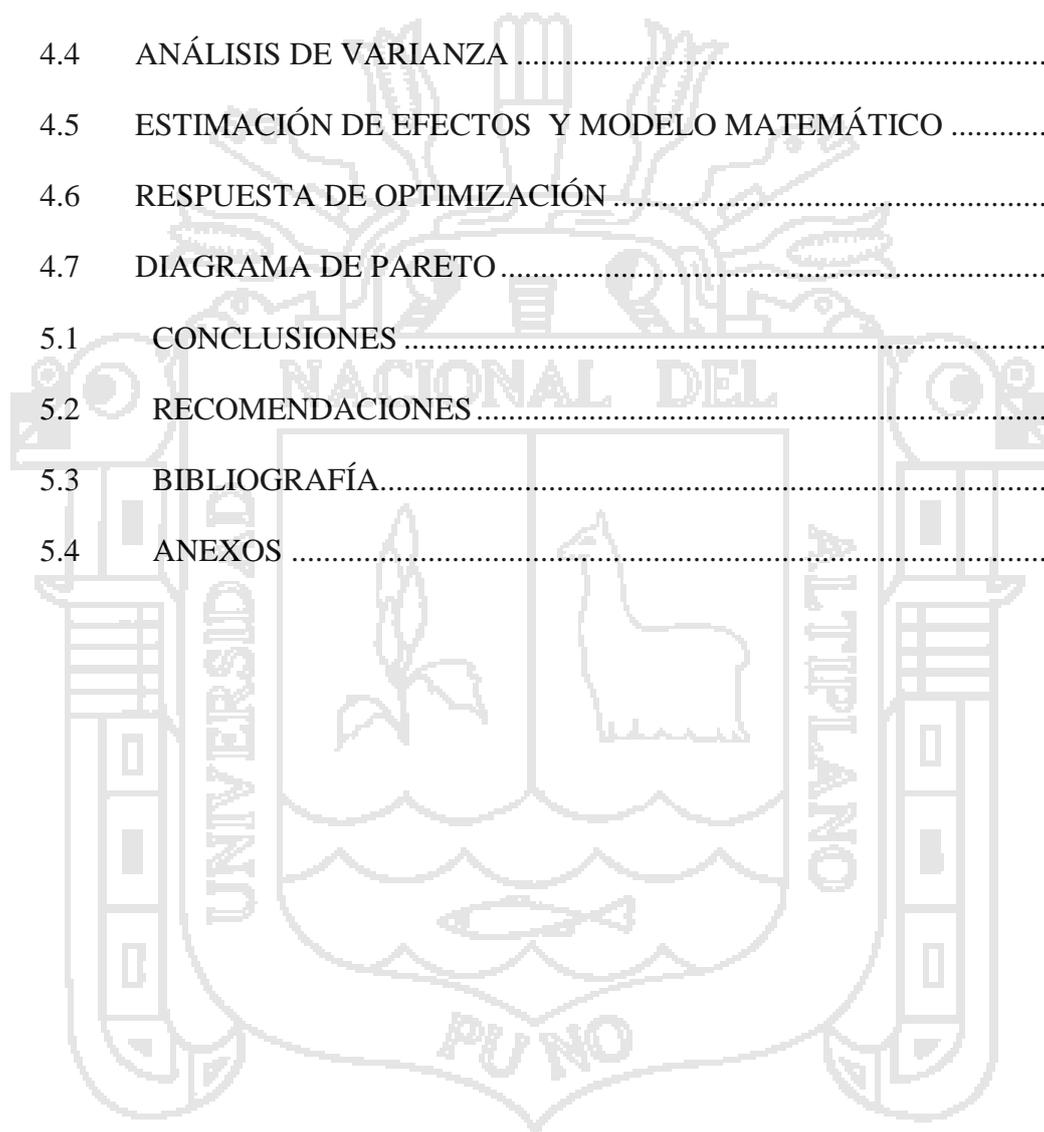
METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

3.1 AMBITO DE ESTUDIO.....	34
3.2 EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS	34
3.2.1 Equipos y Materiales.....	34
3.2.2 Reactivos e Insumos.....	34
3.3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	35
3.3.1 TOMA DE MUESTRA DE MINERAL ULEXITA.....	35
3.3.2 TAMAÑO DE NUESTRA	35
3.4 DETERMINACIÓN DEL % B ₂ O ₃ EXISTENTE EN LA ULEXITA.....	36
3.5 EXTRACCIÓN DEL B ₂ O ₃	37
3.6 CRISTALIZACIÓN DEL ÁCIDO BÓRICO	38
3.7 CARACTERÍSTICAS DEL ÁCIDO BÓRICO OBTENIDO	38
3.8 DISEÑO EXPERIMENTAL.....	39

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1	PRUEBAS EXPERIMENTALES DE EXTRACCIÓN DE ÁCIDO BÓRICO	43
4.2	BALANCE DE MATERIA	46
4.3	TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DEL DISEÑO FACTORIAL	48
4.4	ANÁLISIS DE VARIANZA	49
4.5	ESTIMACIÓN DE EFECTOS Y MODELO MATEMÁTICO	51
4.6	RESPUESTA DE OPTIMIZACIÓN	52
4.7	DIAGRAMA DE PARETO	53
5.1	CONCLUSIONES	57
5.2	RECOMENDACIONES	58
5.3	BIBLIOGRAFÍA.....	59
5.4	ANEXOS	61



INDICE DE TABLAS

TABLA 2. 1: COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LA ULEXITA	18
TABLA 2. 2: RESERVAS MUNDIALES DE BORATOS EN MILLONES DE TONELADAS MÉTRICAS DE B ₂ O ₃	20
TABLA 2. 3: PRINCIPALES BORATOS DE IMPORTANCIA COMERCIAL	20
TABLA 2. 4: RANGOS TÍPICOS DE COMPOSICIÓN DE MENAS DE ULEXITA.....	21
TABLA 2. 5: SOLUBILIDAD DEL ÁCIDO BÓRICO EN AGUA A DIFERENTES TEMPERATURAS	21
TABLA 3. 1: NIVELES MÁXIMOS Y MÍNIMOS	40
TABLA 3. 2: MATRIZ DE DISEÑO FACTORIAL.....	40
TABLA 4. 1: RESULTADOS DE PORCENTAJE DE EXTRACCIÓN DE % B ₂ O ₃ A 70 °C	44
TABLA 4. 2: RESULTADOS DE PORCENTAJE DE EXTRACCIÓN DE % B ₂ O ₃ A 80°C	45
TABLA 4. 3: RESULTADOS DE PORCENTAJE DE EXTRACCIÓN DE % B ₂ O ₃ DE ACUERDO AL DISEÑO EXPERIMENTAL	46
TABLA 4. 4: RESULTADOS DE EXTRACCIÓN DE B ₂ O ₃ SEGÚN DISEÑO EXPERIMENTAL.....	47
TABLA 4. 5: MATRIZ DE DISEÑO FACTORIAL.....	48
TABLA 4. 6: NIVELES MÁXIMOS Y MÍNIMOS.....	49
TABLA 4. 7: ANÁLISIS DE VARIANZA PARA EXTRACCIÓN DE B ₂ O ₃	49
TABLA 4. 8: VARIABILIDAD DE EFECTOS ESTIMADOS	50
TABLA 4. 9: COEFICIENTE DE REGRESIÓN PARA RENDIMIENTO DE EXTRACCIÓN DE B ₂ O ₃	51
TABLA 4. 10: VARIABLES ÓPTIMAS DE EXTRACCIÓN DE B ₂ O ₃	52
TABLA 4. 11: RESULTADOS ESTIMADOS PARA RENDIMIENTO DE EXTRACCIÓN.....	54
TABLA 4. 12: CAMINO DE MÁXIMO ASCENSO PARA RENDIMIENTO DE EXTRACCIÓN	55

INDICE DE FIGURAS

FIGURA 2. 1: CURVA DE SOLUBILIDAD DEL ÁCIDO BÓRICO EN AGUA	22
FIGURA 3. 1: EQUIPO AGITADOR MECÁNICO PARA EXTRACCIÓN DE B ₂ O ₃	37
FIGURA 3. 2 : DIAGRAMA DE FLUJO.....	39
FIGURA 4. 1: LIXIVIACIÓN DE ULEXITA CON ÁCIDO SULFÚRICO A 70°	44
FIGURA 4. 2: LIXIVIACIÓN DE ULEXITA CON ÁCIDO SULFÚRICO A 80°C	45
FIGURA 4. 3: DIAGRAMA DE PARETO.....	53
FIGURA 4. 4: GRÁFICA DE EFECTOS PRINCIPALES	53
FIGURA 4. 5: SUPERFICIE DE RESPUESTA.....	54
FIGURA 4. 6: GRÁFICO DE INTERACCIONES PARA EXTRACCIÓN DE B ₂ O ₃	56

RESÚMEN

La ulexita es un borato doble de calcio y sodio. Se encuentra en la naturaleza en capas delgadas de 10 a 70 cm y cuyos depósitos son horizontales. La ulexita tiene como impurezas especies como halita, yeso, insolubles y agua intersticial.

El ácido bórico es obtenida a partir de mineral de ulexita, cuyo producto es de prioridad en la industria, ya sea como tales o como insumo de otras industrias y la existencia del recurso natural adecuado nos permite avizorar la perspectiva de comprender un trabajo de investigación tendiente a determinar y proponer un proceso tecnológico en la obtención del ácido bórico.

El proceso de obtención del ácido bórico empieza con selección del mineral del yacimiento, preparación física del mineral, chancado y molienda, reacción con solución de ácido sulfúrico, filtración para separación sólido-líquido y cristalización por evaporación. Finalmente secado y pesado.

El ácido bórico se obtiene por reacción de ácido sulfúrico y mineral de ulexita. Esta reacción se realiza a temperaturas entre 70 y 80°C, debido a que su solubilidad disminuye fuertemente con la temperatura. La cristalización del ácido bórico se logra por evaporación y enfriamiento del líquido lixiviado.

El mineral de ulexita contiene 27% de B_2O_3 el mismo que fue determinado por análisis químico por titulación ácido-base con glicerina. El porcentaje de extracción obtenida de B_2O_3 fue de 94.89 %, las condiciones de operación fueron: temperatura de reacción adecuada 80°C, concentración del ácido sulfúrico 100 g/L y tiempo de lixiviación de 40 min. El ácido bórico obtenido presenta características, tales como textura, color y pureza comparable con las normas de calidad del producto.

Los ensayos experimentales se realizaron en el laboratorio de control de calidad de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Altiplano.

Palabras claves: Ácido bórico, cristalización y ulexita.

INTRODUCCIÓN

El yacimiento del mineral de ulexita se encuentra a 4292 m sobre el nivel del mar, de donde fue extraída manualmente utilizando herramientas de pico y pala, procediéndose a la homogenización antes de trasladar al laboratorio para su tratamiento químico. El mineral presenta características como bola de algodón, color blanco y con alta humedad. La preparación física del mineral de ulexita consiste en chancado y molienda, para obtener una granulometría adecuada ya que el tamaño de las partículas de la ulexita influye en la velocidad de disolución en contacto con un solvente, además las partículas de diferentes tamaños se diferencian por su composición química, reaccionando más lentamente aquellas partículas gruesas, mientras que las más finas pasan más rápidamente a la solución.

La disolución del mineral de ulexita depende de la concentración del ácido sulfúrico, es el factor determinante en la afinidad química, mientras más alta sea la acidez más rápida será la reacción con la ulexita, desprendiéndose más calor puesto que la reacción principal es de carácter exotérmico.

El presente trabajo de investigación intitulado **“OBTENCIÓN DEL ÁCIDO BÓRICO A PARTIR DEL MINERAL DE ULEXITA”** se realizó con el objetivo de obtener ácido bórico y diseñar una tecnología propia bajo las condiciones ambientales de la Región de Puno. El proceso consiste en disolver el mineral de ulexita con solución de ácido sulfúrico y obtener el ácido bórico por evaporación y cristalización. Los ensayos de lixiviación y cristalización fueron realizados a escala laboratorio, en laboratorio de control de calidad de la Facultad de Ingeniería Química.

Las variables a determinar son las siguientes: temperatura, concentración de ácido sulfúrico y tiempo de lixiviación.

Los materiales experimentales utilizados fueron: morteros para molienda del mineral, estufa eléctrica para secado del mineral y del producto, plancha de calentamiento, equipo agitador mecánico, reactivo como el ácido sulfúrico, equipo filtración, agitador magnético, vasos precipitados, bureta y matraz erlenmeyer. De acuerdo al diseño experimental se realizaron 11 pruebas experimentales con 3 réplicas en el centro.

El producto obtenido presenta características propias del ácido bórico, cristales de color blanco y carácter ácido.



PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA, ANTECEDENTES, OBJETIVOS Y JUSTIFICACIÓN

1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El boro es un elemento escaso en la corteza terrestre, pero afortunadamente existen varios depósitos de sus sales. Estos depósitos se encuentran en lugares que alguna vez tuvieron una intensa actividad volcánica, la cual dio lugar a la formación de minerales de ulexita. En la naturaleza sólo hay un número limitado de localidades con concentraciones altas de boro o grandes depósitos de minerales, los más importantes son de origen volcánico. En la Región de Puno existe la materia prima como la ulexita, por tal motivo se puede aprovechar para la transformación en ácido bórico que es uno de los productos que se obtiene de la ulexita. El mineral de ulexita se ha encontrado en la zona de Mazocrus frontera con Departamento de Tacna, dicho mineral no ha sido caracterizado ni recuperado y constituye una fuente para la extracción del ácido bórico el mismo que se obtiene mediante procesos químicos, lo que amerita realizar estudios de extracción con un mejor rendimiento.

El ácido bórico químicamente es una sustancia que, en disolución incrementa la concentración de iones de hidrógeno combinándose con las bases para formar las sales. Se emplea en medicina y en la industria del vidrio, cerámica, refinación de metales, textil, curtiembre, esmaltes y como producto químico en los laboratorios.

En el presente trabajo de investigación se pretende extraer el Trióxido de Boro por disolución con ácido sulfúrico y posterior obtención del ácido bórico por cristalización.

Formulación del problema general

¿Cuánto es el porcentaje de extracción y obtención del ácido bórico a partir de mineral de ulexita?

Formulación de problemas específicos

¿Cuánto es la temperatura de reacción óptima en la extracción de ácido bórico a partir de mineral de ulexita?

¿Cuánto es el tiempo de reacción óptima en la extracción de ácido bórico a partir de mineral de ulexita?

¿Cuánto es la concentración de ácido sulfúrico adecuado en la obtención de ácido bórico a partir de mineral de ulexita?

1.2 ANTECEDENTES

Pacovi, et al., (1994) indica que el proceso industrial de producción de ácido bórico a partir de ulexita puede utilizar como materia prima el mineral bruto (tal como sale de la mina), eventualmente sometido a una rudimentaria pre concentración manual; o bien un concentrado obtenido por vía gravitacional húmeda, utilizando hidrociclones, con lo que se disminuye notablemente el contenido de impurezas insolubles de sales solubles.

Erbil, et al (2014), el objetivo de este estudio fue investigar la cinética de disolución de ulexita en soluciones de sulfato de hidrógeno de sodio en un sistema de agitación mecánica y para declarar un reactante alternativo para producir ácido bórico. La temperatura de reacción, la concentración de soluciones de sulfato de hidrógeno de sodio, velocidad de agitación, la relación de sólido / líquido y tamaño de partícula ulexita fueron seleccionados como parámetros de la velocidad de disolución de ulexita. Los resultados experimentales se correlacionaron con éxito por regresión lineal utilizando el programa Statistica. Curvas de disolución se evaluaron con el fin de probar los modelos de núcleo se reduce para sistemas de fluidos sólido. Se observó que el aumento de la temperatura de reacción y la disminución de la relación sólido / líquido causa un aumento en la velocidad de disolución de ulexita. El grado de disolución aumentó con el aumento de la tasa de velocidad de agitación entre 100 y 700 rpm de condiciones experimentales. La energía de activación se encontró que era 36,4 kJ / mol. La lixiviación de ulexita fue controlada por difusión a través de la capa de ceniza o producto. La expresión de la velocidad asociada a la velocidad de disolución de ulexita en función de los parámetros elegidos se puede resumir como: $1 - 3(1 - X)^{2/3} + 2(1 - X) = 6,17 \times C_0,97 \times W_1,17 \times D^{-1,72} \times (S / L) - 0,66 \times e^{(-36,4 / RT)} \cdot t$.

Nizamettin y Nazli (2013), Ulexita, un mineral de boro, contiene una cantidad sustancial de agua de hidratación. Utilizando el método de calcinación, una parte de agua en la composición de sólido se puede eliminar de la matriz sólida, y una estructura porosa se puede conseguir aumentar la velocidad de reacción. La disolución de las muestras de ulexita calcinada a diversas temperaturas se investigó. El acetato de amonio fue utilizado como un reactivo de lixiviación. Se examinaron los efectos de algunos parámetros de la reacción en la disolución de la ulexita calcinada. Se ha encontrado que la velocidad de disolución de las muestras calcinadas es mayor que la de la muestra sin calcinar. La velocidad de disolución de la ulexita calcinada se mejora con el aumento de temperatura de calcinación hasta 150°C. Se determina que la velocidad de reacción conforme al

modelo reacción química. La energía de activación del proceso de disolución se calculó que fue de 41,5 kJ / mol.

Ahmet y Asim (2008), Ulexita es un mineral de boro importante que se utiliza para la producción de compuestos de boro. Los objetivos de este estudio son examinar la cinética de disolución de ulexita en soluciones de ácido acético, y presentar un proceso alternativo para producir ácido bórico. Con el fin de investigar la cinética de disolución de ulexita en soluciones de ácido acético, la concentración de la solución, temperatura de reacción, la relación de sólido a líquido, y tamaño de partícula fueron seleccionados como parámetros experimentales. Se determinó que la velocidad de disolución de ulexita aumentó con el aumento de concentración de la solución y la temperatura y la disminución de tamaño de partícula y la relación de sólido a líquido. La energía de activación del proceso se encontró que era 55,8 kJ / mol.

Nizamettin (2007), Ulexita, hidrato de sodio-calcio-borato, tiene una fórmula química de $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{CaO} \cdot 5\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$, y se encuentra en grandes cantidades en Turquía. En este estudio, la disolución de ulexita en soluciones de acetato de amonio se investigó en un reactor discontinuo. Los efectos de la concentración de la solución, tamaño de partícula, se determinaron de sólido a líquido ratio, velocidad de agitación y temperatura de reacción en la velocidad de disolución. Se encontró que la velocidad de disolución aumenta con un aumento en la concentración y la temperatura de reacción, y con una disminución en el tamaño de partícula y la relación de sólido a líquido. No se observó efecto de la velocidad de agitación sobre la conversión. Se determinó que la velocidad de disolución encaja en el modelo de control de reacción química. La energía de activación de este proceso de disolución se encontró que era 55,7 kJ / mol.

Ozkan y Muhtar (2005), utilizó el método Taguchi para determinar las condiciones óptimas para la disolución de ulexita en agua saturada con SO_2 , para producir pentaborato monosódico (NaB_5O_8) en un nuevo proceso. Los experimentos se llevaron a cabo en dos etapas. En la primera etapa de los parámetros experimentales fueron entre 14 y 50°C de temperatura de reacción, 5-30 min para tiempo de reacción, 200-500 rpm para la velocidad de agitación y (1440-181) micras de tamaño de partícula. Se encontró que las condiciones óptimas para estos parámetros son: 50°C, 10 min, 400 rpm y 725 micras, respectivamente. En estas condiciones, el porcentaje de disolución de ulexita en agua saturada con SO_2 fue de 91,98%. Según los resultados de esta optimización, se vio que la temperatura y la relación de sólido a líquido fueron los parámetros eficaces. Así, en la

segunda etapa, un nuevo diseño experimental estaba preparado para obtener un mayor porcentaje de disolución mediante el uso de una mayor relación de sólido a líquido y una temperatura más alta. En este diseño, las condiciones óptimas se encontraron como 725 micras para el tamaño de partícula, 400 rpm para la velocidad de agitación, 30 min para tiempo de reacción y 92°C temperatura de reacción y alcanzó una conversión de 100% bajo estas condiciones.

Valdez et al., (2014), señala que el ácido bórico tiene múltiples usos en varias industrias, la industria farmacéutica, vidrio y cerámica son algunos de ellos. Su obtención implica la adición de ácido sulfúrico para suspensión de borato de calcio-sodio a 70°C y, después de la eliminación de material no deseado insoluble, la cristalización de ácido bórico por enfriamiento de la solución clara a 15-25° C. El licor madre residual contiene principalmente sulfato de sodio, cloruro de sodio y ácido bórico en concentraciones dependiendo de la composición del mineral de borato y la temperatura a la que se recupera el ácido bórico. Se propone la adición de metanol o etanol a estos licores para recuperar selectivamente la mayor parte del sulfato de sodio mediante la salazón-out. Esta separación de los componentes principales de la solución no sólo produciría una pérdida más fácilmente desechable líquido sino que también reduciría sobre todo el volumen, ya que podría ser reciclado en el proceso principal. El 98% de sulfato de sodio puede ser recuperado con un 7:3 volumen en relación al volumen de alcohol al licor madre. La recuperación se mejora cuando la concentración de ácido bórico se reduce antes de la salazón-out. El etanol resultó ser 35% más eficiente para el proceso de precipitación selectiva comparada con el de metanol. El cloruro de sodio y ácido bórico no co-precipitado con el sulfato de sodio.

1.3 OBJETIVOS DEL ESTUDIO

1.3.1 OBJETIVO GENERAL

Obtener el ácido bórico a partir del mineral de ulexita haciendo uso de ácido sulfúrico.

1.3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar la temperatura de reacción óptima en la extracción de ácido bórico.
- Encontrar el tiempo de reacción óptima en la extracción de ácido bórico.
- Cuantificar la concentración de ácido sulfúrico en la extracción de ácido bórico.

1.4 JUSTIFICACIÓN

Justificación técnica

Para la obtención del ácido bórico a partir del mineral de ulexita no requiere tecnología sofisticada o de punta, existen tecnologías que permitirá extraer el boro en forma eficiente y seguro. Se aplicarán operaciones y procesos químicos convencionales a condiciones ambientales de la región altiplánica. La tecnología a utilizarse servirá de base para estudio de pre-factibilidad y factibilidad económica y técnica.

Justificación económica

El mineral de ulexita contiene valor económico, debido a la presencia de boro y bórax. El ácido bórico tiene importancia económica debido a múltiples aplicaciones en el campo de la medicina y procesos industriales.

Además por su gran potencialidad de reserva de mineral nos ofrece ventajas económicas para su explotación.

Justificación social

La presencia de minería en la región de Puno contribuye al desarrollo económico y social, generando fuentes de trabajo para los pobladores que habitan en lugares más inhóspitas del país. Habrá más capacidad de producción, lo que permite una mejoría en las condiciones laborales y aspectos de seguridad en la mina; además de requerir más personal por lo que activaría económicamente a los pueblos de la región. Al explotarse el mineral de ulexita contribuirá en el desarrollo industrial en el Departamento de Puno.



MARCO TEÓRICO, MARCO CONCEPTUAL E HIPÓTESIS

2.1 ULEXITA

La ulexita ($B_5O_9NaCa \cdot 8H_2O$) es un mineral que ocurre en masas cristalinas redondeadas blancas sedosas o en fibras paralelas. Fue nombrado en honor del químico Aleman G. L. Ulex, del ciclo XIX que primero lo descubrió el mineral. La Ulexita es un mineral estructural complejo, con una estructura básica conteniendo cadenas de los octaedros del sodio, del agua y del hidróxido. Las cadenas son ligadas juntas por el calcio, el agua, los poliedros del hidróxido y del oxígeno y las unidades masivas del boro.

La ulexita cristaliza en salinas de regiones áridas formadas en cuencas cerradas, litorales o en lagos. Generalmente asociada con bórax. Abundante en las planicies áridas del norte de Chile y Argentina. En los Estados Unidos se ha encontrado con abundancia en ciertas cuencas cerradas de Nevada y California, con colemanita en yacimientos del Terciario. Su empleo es una fuente de bórax.

Propiedades Físicas: Cristalografía triclinico, exfoliación perfecta, el agregado tiene una dureza aparente de 1, gravedad específica 1,96; brillo sedoso, color blanco. Insípido. Óptica (+).

Tabla 2. 1: Composición química de la Ulexita

Composición	Porcentaje
Na ₂ O	7,7
CaO	13,8
B ₂ O ₃	43
H ₂ O	35,5

Fuente: Cornelius y Hurlbut (1980).

Usos industriales de Ulexita

-) **Cerámicas:** El bórax deshidratado y fundido que es obtenido de la ulexita puede ser usado principalmente como recurso para abrillantar las cerámicas y en alfarería.
-) **Farmacia:** Otro componente de la ulexita, el ácido bórico refinado, tiene grandes potenciales para el uso farmacéutico en colirios y desinfectantes. El perborato sódico por otro lado sirve para colorantes y blanqueadores, pasta dentífrica y lavado bucal.

- J **Construcción:** La ulexita es fuente de bórax deshidratado y fundido que es también apreciado en el rubro de la construcción en tejas para techos, losetas, ladrillos y otros materiales.
- J **Vidriados:** El ácido bórico puede ser también aprovechado en la producción de vidrios, espejos, vidrios ópticos, cristal, lentes y lupas de vidrio, así como para el refinado de oro y plata.
- J **Agroindustria:** La exportación de ulexita se realiza principalmente para agroindustrias que aprovechan el bórax refinado, del que se obtiene Potasio y Magnesio como fertilizantes. *Díaz, A.; Amésquita, M.; Zedano, J. & Acosta, H. (2006)*

2.2 BÓRAX

El bórax ($B_4O_7Na_2 \cdot 10H_2O$) es el borato más extendido. Se forma por evaporación de los lagos salados y como eflorescencia en las superficies de la tierra de las regiones áridas. Los depósitos del Tibet han suministrado grandes cantidades de bórax, que fueron exportados a Europa en crudo, con el nombre de tincal, siendo el primer bórax usado por la civilización occidental. En los Estados Unidos se encontró inicialmente en el condado de Lake, California y más tarde en las regiones desérticas del sudeste de California y en el de San Bernardino.

Asociado con otros boratos, se encuentra el bórax en la cordillera de los Andes, y en partes colindantes de la Argentina, Bolivia y Chile. El bórax está frecuentemente asociado con minerales similares, tales como halita, yeso, ulexita, colemanita y otros boratos raros. *Díaz, A.; Amésquita, M.; Zedano, J. & Acosta, H. (2006)*

Usos

El bórax permite la fusión del esmalte a baja temperatura y le da un acabado brillante. El boro elemento, se emplea como desoxidante y en aleaciones con metales no férricos: en los rectificadores y válvulas de control, y como absorbentes de neutrones en las pantallas de los reactores atómicos; en los combustibles para proyectiles cohetes y como producto de adición a los combustibles de motores de explosión.

El bórax y al ácido bórico sirven para ablandar y limpiar los cueros y pieles, asimismo para elaborar tintura de cueros. También se usa en instrumentos diseñados para detectar y contar las emisiones de neutrones. A causa de su gran capacidad de absorción de neutrones es empleado como amortiguador de control en reactores nucleares y como material constituyente de los escudos de neutrones. INGEMMET (2000)

2.3 RESERVAS DEL MINERAL DE ULEXITA

Las reservas de minerales de boro en Sud América son las cuartas en el mundo en cuanto a la magnitud de las mismas (SRI, 1990).

Tabla 2. 2: Reservas mundiales de boratos en millones de toneladas métricas de B_2O_3

Países	Reservas
Turquia	110-150
Estados Unidos	50-60
C.E.I. (ex URSS)	55
Sud América	30
China	27

Fuente: SRI, 1990.

Estos minerales corresponden a distintos tipos de boratos, de los cuales los que presentan mayor importancia comercial se incluyen en la tabla 2.3, junto con sus contenidos teóricos de B_2O_3 . Los depósitos de Sud América están localizadas en los Andes Centrales, abarcando territorios de argentina, Chile, Perú y Bolivia.

Tabla 2. 3: Principales boratos de importancia comercial

Mineral	Composición química	% B_2O_3
Colemanita	$Ca_2B_6O_{11}.5H_2O$	50,8
Hidroboraquita	$CaMgB_6O_{11}.6H_2O$	50,5
Tincal (bórax)	$Na_2B_4O_7.10H_2O$	36,5
Ulexita	$NaCaB_5O_9.8H_2O$	43,0
Szaibelyte	$MaBO_2(OH)$	41,4

Fuente: SRI, 1990

En la tabla 2.4 se muestran los rangos de variación de la composición de las menas de ulexita de la Puna, pudiendo apreciarse que esta variación puede ser muy amplia.

Tabla 2. 4: Rangos típicos de composición de menas de ulexita

Componentes	Rangos, % en peso
B ₂ O ₃	22-28
Cl ⁻	4-15
SO ₄ ²⁻	1-6
Insolubles en ácido	9-34

Fuente: SRI, 1990

2.4 LIXIVIACIÓN DE ULEXITA CON ÁCIDO SULFÚRICO PARA PRODUCIR ÁCIDO BÓRICO

La reacción de lixiviación es llevada a cabo en tanques agitados, en los que se mantiene la temperatura del sistema en un nivel comprendido entre 60 y 80°C, lo que se logra por medio de serpentines de calefacción con vapor. Esto es necesario para evitar la cristalización del ácido bórico en los tanques de disolución, puesto que la solubilidad del mismo disminuye fuertemente al bajar la temperatura, tal como lo indica su curva de solubilidad representada en la figura 2.1 (Nies y Hulbert, 1967).

La reacción química de obtención de ácido bórico a partir de ulexita y ácido sulfúrico es la siguiente:

**Tabla 2. 5:** Solubilidad del ácido bórico en agua a diferentes temperaturas

Solubilidad de ácido bórico (g H ₃ BO ₃ /100 g disolvente)	Temperatura °C
2,7	0
3,14	5
3,52	10
4,17	15
4,65	20
5,44	25
6,34	30
7,2	35
8,17	40
9,33	45
10,24	50

11,55	55
12,98	60
14,42	65
15,75	70
17,41	75
19,06	80
21,02	85
23,27	90
25,23	95
27,53	100

Fuente: Nies y Hulbert, (1967).

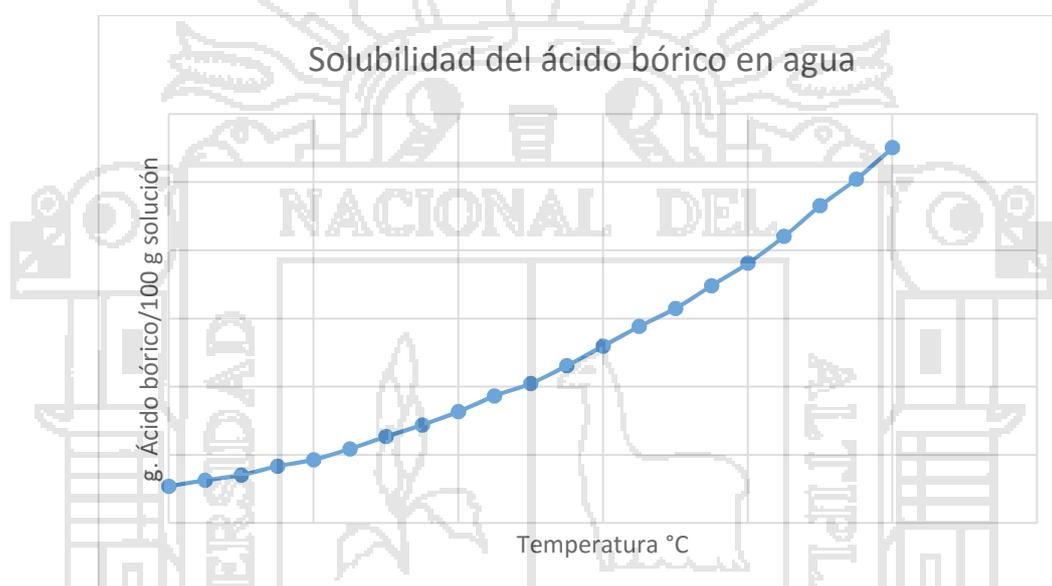


Figura 2. 1: Curva de solubilidad del ácido bórico en agua

El sulfato de sodio formado en la reacción y las impurezas solubles de la mena, como el cloruro de sodio, permanecen en solución junto con el ácido bórico, mientras que el sulfato de calcio bajo forma de yeso, pasa a formar parte del material sólido residual, junto con arcillas y arena.

La solución caliente de ácido bórico es separada de los sólidos insolubles por sedimentación y filtración. Por su puesto, los equipos de separación deben ser calentados con vapor para evitar la precipitación del ácido bórico en los mismos. La solución caliente es enviada a cristalizadores batch agitados, donde es enfriada con agua que circula por serpentines de enfriamiento. Luego los cristales de ácido bórico son separados de las aguas madres (solución residual) y lavados por centrifugación. Finalmente el ácido bórico

es secado con aire caliente en un secadero rotativo. La composición de la solución residual reciclada a la lixiviación es controlada mediante purgas periódicas para evitar la impurificación del ácido bórico por la coprecipitación de sulfato de sodio y cloruro de sodio.

Esto último puede evitarse si, además de concentrar el mineral para eliminar el Cl^- se recupera el sulfato de sodio producido por cristalización fraccionada con el ácido bórico (Pocovi, et al., 1994).

2.5 CRISTALIZACIÓN

La cristalización es la operación de separación sólido-líquido en el cual se produce la transferencia de soluto desde una disolución a una fase sólida cristalina del mismo, mediante un cambio en la temperatura o en la composición. Se trata de una operación controlada simultáneamente por la transferencia de materia y la transmisión de calor, el procedimiento más habitual es concentrar la disolución y después enfriarla en condiciones controladas. De este modo la concentración de soluto supera el valor de su solubilidad a esa temperatura y a partir de la disolución se produce la formación de sus cristales. Es una operación necesaria para todo producto químico que se presenta comercialmente en forma de polvos o cristales, ya sea el azúcar o sacarosa, sal común o cloruro de sodio. En la cadena de operaciones unitarias de los procesos de fabricación se ubica después de la evaporación y antes de la operación de secado de los cristales y envasado. Toda sal o compuesto químico disuelto en algún solvente en fase líquida puede ser precipitada por cristalización bajo ciertas condiciones de concentración y temperatura, dependiendo de las características y propiedades de la solución, principalmente la solubilidad o concentración de saturación, Domic (2001).

La cristalización es un proceso en el que se realiza un cambio de fase, pasando el sistema de un estado de desequilibrio (desde disolución, estado fundido, etc.) al estado de equilibrio. En este proceso, el sistema incrementa el orden ya que pasa de un sistema relativamente desordenado (disolución) a un sistema mucho más ordenado (el cristal). Por tanto, de acuerdo con las leyes de la termodinámica, para que el proceso sea espontáneo, debe producirse un descenso de energía que compense el incremento de orden, ya que en la naturaleza todo sistema tiende a un mínimo de energía y a un máximo de desorden (2° principio de la termodinámica).

Formación de Cristales

La teoría actual sobre la formación de cristales admite que estos se forman a través de dos etapas claramente diferenciadas, la nucleación y el crecimiento cristalino.

La nucleación es la formación de amontonamientos de átomos, moléculas o iones constituyentes de la nueva fase en zonas separadas en el interior de la antigua fase. Estos amontonamientos formados por distintas cantidades de partículas se llaman clusters. Posteriormente, algunos clusters formados crecen y aumentan su volumen mientras que otros se desmoronan. Cuando un cluster alcanza una determinada dimensión crítica, entonces, inevitablemente aumenta su volumen en el sistema sobresaturado, y con el tiempo alcanza una dimensión macroscópica.

Puesto que solo una parte de los clúster alcanza una dimensión macroscópica, la velocidad del cambio de fase depende del número de núcleos capaces de un posterior crecimiento que se forma por unidad de volumen del sistema en el que ocurre la nucleación, y por unidad de tiempo. Esta magnitud se llama velocidad de nucleación.

2.6 SOLUBILIDAD DE LAS SALES Y LA TEMPERATURA

El proceso por el cual un soluto disuelto se separa de la disolución y forma cristales se denomina cristalización. (Chang, 2002).

La solubilidad depende principalmente de la temperatura, mientras que la presión tiene un efecto despreciable sobre ella. Los datos se expresan en forma de curvas en la que se grafica la solubilidad en función de la temperatura. En general, la solubilidad de la mayoría de las sales aumenta ligera o notablemente al aumentar la temperatura.

Así la solubilidad es una medida de la capacidad de una determinada sustancia para disolver en un líquido. Puede expresarse en moles por litro, en gramos por litro, o en porcentaje de soluto; en algunas condiciones se puede sobrepasarla, denominándose solución sobresaturada.

En la solubilidad, el carácter polar o apolar de la sustancia influye mucho, ya que, debido a estos la sustancia será más o menos soluble.

El término solubilidad se utiliza tanto para designar al fenómeno cualitativo del proceso de disolución como para expresar cualitativamente la concentración de las soluciones. La solubilidad de una sustancia depende de la naturaleza del disolvente y del soluto, así como de la temperatura y la presión del sistema, es decir, a la tendencia del sistema a alcanzar

el valor máximo de entropía. Al proceso de interacción entre las moléculas del disolvente y las partículas del soluto para formar agregados se le llama solvatación y si el solvente es agua, hidratación.

Para poder ser transferido a la fase sólida, es decir cristalizar un soluto cualquiera debe eliminar su calor latente o entalpía de fusión, por lo que el estado cristalino además de ser el más puro, es el de menor nivel energético de los tres estados físicos de la materia, en el que las moléculas permanecen inmóviles unas respecto a otras, formando estructuras en el espacio, con la misma geometría, sin importar la dimensión del cristal.

2.7 CRECIMIENTO Y PROPIEDADES DE LOS CRISTALES

Nucleación

Para asegurar el crecimiento de cristales en una solución supersaturada, esta debe contener un número de pequeñas partículas sólida conocida como semillas o núcleos. El proceso de nucleación puede ser tanto primario como secundario. A su vez, la nucleación primaria puede desarrollarse tanto homogénea como heterogéneamente, como se describe a continuación

El mecanismo exacto de una nucleación homogénea primaria de un sólido desde una solución acuosa es desconocido. La formación de tales núcleos es realmente un proceso dificultoso debido no sólo a que las moléculas constituyentes tienen que coagular y resistir la tendencia a la redisolución, sino que tiene que llegar a posicionarse dentro de un reticulado que la fije. El inicio de la nucleación se desfavorece en aquellas regiones super saturadas donde los niveles de energía crecen temporalmente para favorecer este proceso sin embargo, es muy difícil encontrar algún ejemplo verdadero de una nucleación homogénea espontánea durante el desarrollo del proceso de cristalización en una operación hidrometalúrgica a escala real.

Contrariamente, la nucleación heterogénea primaria inducida por la presencia de partículas extrañas ocurre mucho más frecuentemente. El polvo atmosférico pertenece a esta categoría de partículas extrañas y sus concentraciones en los laboratorios o en las áreas abiertas de plantas industriales pueden alcanzar el rango de una 10^6 a 10^8 partículas por litro. Tales concentraciones son suficientemente grandes como para inducir la cristalización. En efecto la concentración de partículas extrañas tendría que mantenerse por debajo de 10^3 partículas por litro para evitar una nucleación heterogénea. El tamaño óptimo de estas partículas extrañas, que pueden inducir la nucleación, está en el rango de 0,1 a 1 micrón. Sin embargo que no es necesario que las partículas extrañas sean

necesariamente cristalinas, en su estado natural, ya que materiales amorfos pueden inducir la nucleación en casos específicos. Casos específicos en resumen, debe tenerse presente que el cambio de energía libre asociada a la formación de un núcleo, bajo condiciones heterogéneas, es mucho menor que la asociada a la nucleación homogénea.

El fenómeno de la nucleación es esencialmente el mismo para la cristalización a partir de una solución, cristalización a partir de un producto fundido, condensación de gotas de niebla en un vapor sobre enfriado, y generación de burbujas en un líquido sobrecalentado, en todos los casos, la nucleación se produce como consecuencia de rápidas fluctuaciones locales a escala molecular en una fase homogénea que está en estado de equilibrio meta estable.

Los núcleos cristalinos se pueden formar a partir de moléculas, átomos o iones. En soluciones acuosas pueden ser hidratados, debido a sus rápidos movimientos, estas partículas reciben el nombre de unidades cinéticas. Para un volumen pequeño, la teoría cinética establece que las unidades cinéticas individuales varían grandemente en localización, tiempo, velocidad, energía y concentración. Los valores aparentemente estacionarios, de las propiedades intensivas, densidad, concentración y energía, correspondientes a una masa macroscópica de solución, son en realidad valores promediados en el tiempo de fluctuaciones demasiado rápidas y pequeñas para poder ser medidas a escala macroscópica, Domic (2001).

2.8 ÁCIDO BÓRICO

El ácido bórico, llamado también ácido trioxobórico (III) o ácido ortobórico (este último muy poco usado), es un compuesto químico, ligeramente ácido. Es usado como antiséptico, insecticida, retardante de la llama, y es empleado como precursor de otros compuestos químicos. Es usado también como agente tampón o buffer para regulación del pH. Es además usado como ingrediente en muchos abonos foliares y conservación de alimentos como el marisco aunque es ilegal su uso en la actualidad. Existe en forma cristalina (polvo de cristales blancos) que se disuelve fácilmente en agua. Su fórmula química es H_3BO_3 .

2.8.1 Propiedades

El ácido bórico es un polvo blanco venenoso, y al contrario de lo que los científicos afirman, sólo es soluble en agua fría. Olerlo y/o comérselo puede provocar algunas molestias leves como diarrea, vómitos e incluso la muerte.

Efectos del calor: En ambiente cerrado funde a 171°C. En ambiente abierto el calentamiento por encima del 100°C produce una pérdida de agua gradual, pasando sucesivamente por ácido meta-bórico (HBO_2), ácido tetrabórico ($\text{H}_2\text{B}_4\text{O}_7$), para llegar finalmente a anhídrido bórico (B_2O_3) que funde a 450°C.

Estabilidad: Es estable a temperatura ambiente y es volatilizado por el vapor de agua o arrastrado por él sin descomposición.

2.9 PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DEL ÁCIDO BÓRICO

Nombre comercial: ácido bórico

Fórmula química: H_3BO_3

Estado físico: Cristales incoloros o polvo blanco, inodoro

Punto de fusión: 171°C

Densidad (agua=1) : 1,4 g/cm³

Solubilidad en agua: 5,6 g/ 100 mL

Presión de vapor a 20°C despreciable

2.10 APLICACIONES DE ÁCIDO BÓRICO

Industria del vidrio: borosilicatos y vidrios térmicos usados para material de laboratorio, tubos, vasos, termómetros, etc. enseres de cocinas resistentes al calor como fuentes para horno y para llama directa, cafeteras, lecheras, etc. faros para automóviles lentes para señales luminosas y semáforos, lentes para anteojos, cámaras fotográficas, telescopios, microscopios, etc. Fibra de vidrio usada como aislante térmico y acústico.

-) **Esmaltes:** fabricación de superficies duras, durables y fácilmente lavables de cocinas, lavarropas, heladeras, bañeras, estufas, hornos, chapas para nomenclaturas de calles, etc.
-) **Fritas:** esmaltes vítreos para la industria

- J **Cerámica:** azulejos, baldosas, tejas, etc.
- J **Productos químicos derivados:** fluoboratos, fluoruros de boro, aleaciones de boro, carburo de boro, ferro-boro, etc. hidruros de boro, boranos, diboranos, ácidos borónicos, borazinas, etc.
- J **Fruticultura:** lavado de citrus y conservación de los mismos.
- J **Cosmética y farmacia:** cremas, lociones y polvos faciales, dentífricos, anti-transpirantes, champúes, soluciones oftálmicas, medicamentos en general.
- J Estabilizador de colorantes.
- J Refinación de metales no ferrosos: cromo, níquel, cobre, plomo, aluminio, etc.
- J Insecticidas.
- J Curtiembres: acabado de cueros y pieles
- J Industria textil: acabado de tejidos.
- J Conservación de carnes.
- J **Ignífugos:** protección contra el fuego de telones teatrales, papeles decorativos, trajes ignífugos, etc.
- J **Pinturas:** pinturas a base de látex.

2.11 FACTORES QUE AFECTAN EN LA EXTRACCIÓN DE B_2O_3

2.11.1 EFECTO DEL TAMAÑO DE LA PARTICULA

Salas. A. D. (1998) considera que uno de los factores que determinan la eficiencia de cualquier proceso a tratar es el tamaño de la partícula; se debe lograr una buena granulometría, que permita alcanzar la máxima eficiencia de las reacciones.

Para los efectos del caso, concluye que luego de unas pruebas en laboratorio, que la ulexita no requiere una molienda excesiva para llevar a cabo un buen ataque, ya que con una malla de -30 se consigue una eficiencia bastante aceptable y similar en ambos procesos, lo cual justifica inclusive si se tiene en cuenta las características del mineral, las propiedades físicas (estructura blanda-fibrosa con una dureza igual a la unidad) y químicas (solubilidad rápida en agua fría, mayor en agua caliente y bastante notoria en ácido): las cuales no requieren el uso de una malla de menor tamaño. Salas (1998)

Consecuentemente con lo dicho, el proceso del ácido bórico se ve mucho más favorecido que el del bórax, puesto que el primero tiene la ventaja de ser una reacción que se da en medio ácido, a la vez que ofrece una menor resistencia a la difusión porque la única fase sólida que participa en la reacción será el mineral.

Desde el punto de vista económico, con una malla de -30 logra una extracción aceptable, porque la sedimentación sería buena, no existiendo suspensiones coloidales, ni emulsiones que atenten contra la eficiencia de un buen filtrado. Salas (1998).

2.11.2 REACCIÓN ALCALINA DEL BÓRAX

Para la obtención de los cristales $\text{Na}_2\text{B}_4\cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (1: 2: 10) con una eficiencia aceptable, Salas (1998) trabaja sobre un sistema heterogéneo no catalítico, para el cual se establecen las siguientes condiciones operativas:

Proceso Batch (discontinuo o por lotes), llevado a efecto en un reactor tipo tanque, teniendo presente sus ventajas de índole económico en lo que respecta al costo y capacidad, ya que la geometría es suficientemente simple, permitiendo el desarrollo de procedimientos cuantitativos.

- J Volumen constante
- J Temperatura constante (isotérmico)
- J Presión constante (1 atmósfera)
- J Agitación constante, para tener uniformidad en la masa reaccionante, en lo que respecta a concentración y temperatura, (800 rpm)

Los parámetros puestos en juego para su estudio serán:

- J Temperatura de reacción
- J Tiempo de reacción
- J Cantidad de agua requerida para la reacción

2.11.3 DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DE LAS VARIABLES Y CONSTANTES DE OPERACIÓN

En esta parte realiza una serie de pruebas, variando unos factores mientras otros se mantenían constantes durante el curso de la reacción para ver el grado de influencia de los mismos en la cinética del proceso en forma cuantificada.

Principalmente dichas pruebas se enfocan a hallar la cantidad de agua necesaria de acuerdo a la estequiometría de la reacción, que permita una buena recuperación del Bórax, teniendo muy en cuenta su influencia en la filtrabilidad de la pulpa. Si la solución está muy concentrada, se produciría la cristalización del Bórax en forma precipitada al enfriarse ligeramente la pulpa, tapando el filtro adicionalmente se tendría un aumento de la viscosidad de la solución haciéndose casi inmisible con el agua impidiendo un lavado eficaz. Caso contrario si se tiene una solución muy diluida, la reacción será bastante lenta

y el ataque insuficiente. Otro enfoque de estas pruebas fue hallar la proporción en que aumenta la recuperación del Bórax con incremento de temperatura por un lado y del tiempo por otro. Con respecto a la granulometría, una malla de -30. La agitación de mantuvo constante en todas las prueba a fin de comunicar homogeneidad a la mezcla de cualquier punto del sistema.

Dentro de las consideraciones que se tuvieron en cuenta en el grado de optimización de los factores que afectan al proceso reaccionante ocupan lugar preferencial. Luego de la recuperación del bórax el aspecto de producción en planta. Lo mismo que la factibilidad de realizar las operaciones sin descontar por supuesto el aspecto económico. Salas (1998)

2.11.4 INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA EN LA VELOCIDAD DE REACCIÓN

La velocidad específica de una reacción depende de la temperatura, e invariablemente aumenta cuando esta última se eleva.

Además para este caso en que el reactor opera a volumen constante se tiene que:

$$dH = dE \text{ (recordad que } dH = dE + PdV \text{)}$$

Por lo tanto la velocidad de transformación de las sustancias reaccionantes en productos finales debe ser proporcional a la concentración de las moléculas activas presentes en el sistema. Por lo que resulta que la energía de activación “E”, no es otra cosa que el calor necesario para transformar las moléculas ordinarias en moléculas activas, la energía de activación representa una energía que debe entregarse (positiva) a las moléculas ordinarias para transformarlas en moléculas activas, requiriéndose para este paso una elevación de la temperatura que a la vez va a redundar en un desplazamiento de la reacción a la derecha aumentando la constante de equilibrio k, conforme a la “Ley de reacción de masas” (LAM). Salas (1998)

Con este criterio y teniendo en cuenta la complejidad de la ulexita, procede a tomar un rango lógico de temperaturas (mayores que en el sistema Bórico) haciéndolas permanecer constantes para cada prueba a medida que varía el tiempo de reacción. Salas (1998)

EL TIEMPO COMO VARIABLE

Teniendo presente que este sistema implica un mayor tiempo de reacción que el del Bórax, por lo mismo que hay mayor contenido de solidos reaccionantes presentes que se encargan de hacer que la velocidad básica sea más lenta existiendo como consecuencia una mayor resistencia a la difusión.

2.11.5 LA CANTIDAD DE AGUA COMO FACTOR LIMITANTE

Una vez determinada la temperatura fija de reacción se procede a ver la cantidad suficiente de agua que va a intervenir en la reacción, que permita alcanzar un rango de conversión similar al obtenido al considerar las otras dos variables del proceso en cuestión: tiempo y temperatura.

Teniendo en cuenta una cantidad razonable, la interferencia que pueda originar en las posteriores operaciones que involucra la secuencia del proceso: filtración, cristalización. Las consideraciones al respecto de los problemas que puede ocasionar una solución muy diluida o muy concentrada se tienen que tomar en cuenta. Salas (1998)

2.12 MARCO CONCEPTUAL

ULEXITA: Es un mineral granular, blanco y fluido. Es un borato hidratado de sodio y calcio. (Algodón Blanco)

BÓRAX: Es un compuesto importante de boro. Es un cristal blanco y suave que se disuelve fácilmente en agua.

ÁCIDO BÓRICO: Es un compuesto químico, ligeramente ácido de color blanco.

CRISTALIZACIÓN: La cristalización es un proceso por el cual a partir de un líquido o una disolución, los iones, átomos o moléculas establecen enlaces hasta formar una red cristalina, la unidad básica de un cristal. La cristalización se emplea con bastante frecuencia en Química para purificar una sustancia sólida.

SOLUBILIDAD: Es la cantidad de soluto máximo disuelto en 100 g de disolvente.

SOLUCIÓN SATURADA: Solución saturada es aquella solución que contiene mayor concentración de soluto en un volumen de solvente dado, es decir que la solubilidad de soluto llegó a su límite.

SOLUCIÓN SOBRESATURADA: Son aquellas soluciones en la que se ha logrado disolver un poco más de la máxima cantidad de soluto disuelto, con ayuda de calentamientos suaves o ligeros.

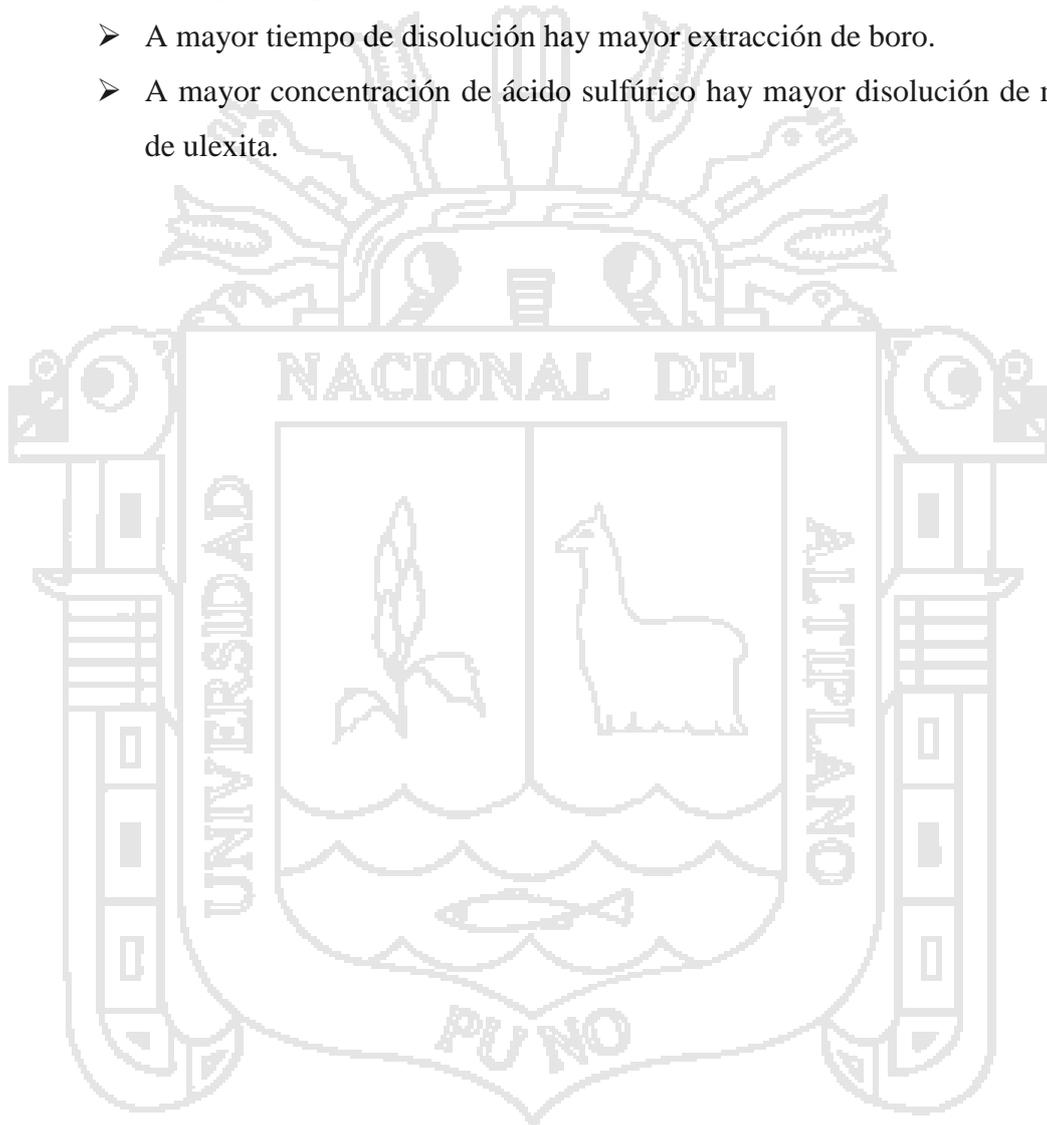
2.13 HIPÓTESIS

2.13.1 HIPÓTESIS GENERAL

El ácido bórico se extrae por disolución con solución de ácido sulfúrico a partir de mineral de ulexita.

2.13.2 HIPÓTESIS ESPECÍFICA

- A mayor temperatura mayor disolución de mineral de ulexita.
- A mayor tiempo de disolución hay mayor extracción de boro.
- A mayor concentración de ácido sulfúrico hay mayor disolución de mineral de ulexita.





METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

3.1 AMBITO DE ESTUDIO

El presente trabajo de investigación se realizó en el Departamento de Puno, las pruebas experimentales se desarrollaron en el laboratorio de Control de Calidad de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Altiplano – Puno, bajo las condiciones ambientales a una presión atmosférica de 486 mm Hg, a una altitud de 3828 m.s.n.m. y a una temperatura promedio de 15°C.

3.2 EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

3.2.1 Equipos y Materiales

- Termómetro
- Balanza analítica
- Agitador mecánico
- Agitador magnético
- pH-metro
- Estufa
- Plancha de calentamiento
- Mortero con pistilo
- Bureta digital
- Matraz Erlenmeyer de 125 mL
- Matraz aforado de 50 mL y 25 mL
- Vasos de precipitados
- Probeta de 50 mL
- Pipeta graduada de 5 y 10 mL
- Papel filtro Whatman 40

3.2.2 Reactivos e Insumos

- Mineral de ulexita
- Glicerina
- Hidróxido de sodio de 98% pureza
- Ácido sulfúrico de 98% pureza
- Ácido clorhídrico de 37% pureza
- Agua destilada

3.3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.3.1 TOMA DE MUESTRA DE MINERAL ULEXITA

El yacimiento de ulexita se encuentra a 4296 msnm, donde se extrajo manualmente y se recepcionó la materia prima en donde se efectúa la selección y preparación mecánica para la operación posterior.

El mineral fue extraído necesariamente a mano, ya que la ulexita explotable yace a una profundidad no mayor de 1 m, por lo que su extracción tiene que ser altamente selectiva.

3.3.2 TAMAÑO DE NUESTRA

- La muestra se tomó aleatoriamente en 10 puntos del yacimiento de ulexita.
- De cada punto se tomó 1 Kg de mineral ulexita
- Se mezclaron las 10 muestras en un saquillo de muestreo
- La cantidad de muestra obtenida fue de 10 Kg
- 1 kg para análisis granulométrico
- 1kg para extracción de B_2O_3
- 8 Kg para extracción de ácido bórico

INSTRUMENTO DE RECOJO DE MUESTRA

1. Ubicación geográfica : Mazacruz - chilicolpa
2. Fecha y hora de muestreo: 13/11/2015 a horas 11 am
3. Cantidad de muestra: 5 kg
4. Estado: Solido
5. Profundidad de toma de muestra: a 20 cm de la superficie
6. Datos del recolector: Delia Carita Flores
7. Motivo: Tesis de Investigación
8. Descripción cualitativa (color, olor y apariencia): Blanco característico del mineral
9. Observaciones: El mineral presentaba humedad

3.4 DETERMINACIÓN DEL % B₂O₃ EXISTENTE EN LA ULEXITA**Procedimiento**

- Moler la muestra de mineral de ulexita a malla fina.
- Secar la muestra.
- Pesar la muestra de mineral (0,10 g).
- Disolver en 10 mL de solución de ácido clorhídrico 1:1.
- Añadir 50 mL de agua destilada y calentar a ebullición durante 15 min en reflujo
- Se deja enfriar la solución y se filtra.
- Se neutraliza la solución filtrada con NaOH 0,5 N utilizando indicador naranja de metilo.
- Se prepara glicerina al 50%, previamente neutralizada con NaOH 0,5 N utilizando indicador de fenolftaleína.
- Se mezcla la solución de ulexita con la solución de glicerina.
- Se titula con solución de NaOH 0,1 N utilizando indicador de fenolftaleína hasta coloración rojo permanente.
- Se lee el volumen de solución de NaOH gastado.
- Se calcula el % de B₂O₃.

Cálculos

$$\% B_2O_3 = \frac{V_3}{P} \frac{B_2O_3}{d m} x$$

$$\% B_2O_3 = \frac{1,7 \quad 0,1 \quad 0,0}{0,1} x$$

$$\% B_2O_3 = 2,3 = < 2 \% >$$

3.5 EXTRACCIÓN DEL B₂O₃

- Triturar y moler el mineral de ulexita
- Preparar solución de ácido sulfúrico
- En un reactor mezclar mineral molido y solución de ácido sulfúrico
- Calentar la mezcla entre 70 y 80°C y poner en agitación
- Tomar muestras para análisis de B₂O₃
- Terminado el proceso de disolución, filtrar para separación sólido-líquido
- Medir el volumen de solución obtenido
- Calcular por balance la cantidad de B₂O₃

DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO PARA EXTRACCIÓN DE BORO



Se utilizó un equipo agitador mecánico con regulación de velocidad, la paleta del agitador mecánico se instala dentro de un recipiente de vidrio pyrex de capacidad 2 litros. El contenido de la mezcla mineral de ulexita molida y solución de ácido sulfúrico en el recipiente se calentó mediante una cocinilla eléctrica.

Figura 3. 1: Equipo agitador mecánico para extracción de B₂O₃

3.6 CRISTALIZACIÓN DEL ÁCIDO BÓRICO

- Terminado el proceso de lixiviación con ácido sulfúrico se separa sólido-líquido.
- La solución filtrada se somete a cristalización
- Evaporar la solución a temperatura de 70°C hasta cristalización del ácido bórico
- Dejar enfriar
- Secar
- Pesar y calcular

3.7 CARACTERÍSTICAS DEL ÁCIDO BÓRICO OBTENIDO

Aspecto	: sólido y cristalino
Color	: incoloro
Olor	: característico del producto
Solubilidad	: soluble en agua
Pureza	: 97%
Estructura	: Aspecto escamoso

CALCULO DE LA PUREZA DE H_3BO_3

$$\% H_3BO_3 = \frac{V_3}{P \cdot d \cdot m} \cdot H_3BO_3 \cdot x$$

$$\% H_3BO_3 = \frac{4 \cdot 0,1 \cdot 0,0}{0,1} \cdot x$$

$$\% H_3BO_3 = 9,3 = < 9 \% >$$

DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DEL ÁCIDO BÓRICO

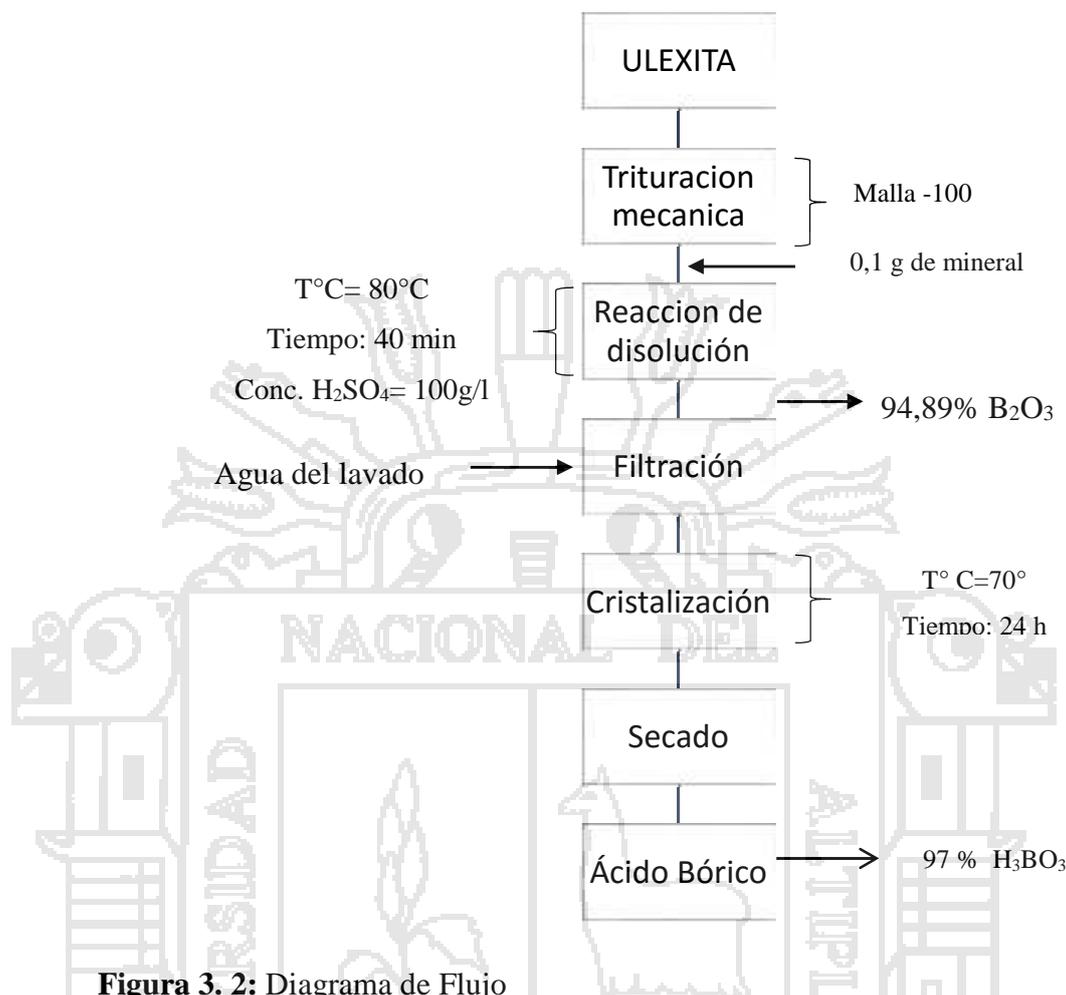


Figura 3. 2: Diagrama de Flujo

3.8 DISEÑO EXPERIMENTAL

El diseño experimental es una herramienta de importancia fundamental en el ámbito de la ingeniería para mejorar el desempeño de un proceso, también tiene aplicaciones en el desarrollo de procesos industriales, así como técnicas de diseño experimental en las fases iniciales de cualquier proceso puede redundar en mejorar el rendimiento del proceso, así como reducción de tiempo y costos.

En el presente diseño experimental considera tres factores cada uno de ellos a dos niveles, contiene ocho combinaciones de niveles de factores, tres efectos principales (X_1 , X_2 y X_3), tres interacciones de dos factores (X_1X_2 , X_1X_3 y X_2X_3) y una interacción de tres factores ($X_1X_2X_3$), además con tres réplicas en el punto central.

El Diseño Factorial 2ⁿ donde “n” es igual a 3 variables independientes y “2” significa 2 niveles mínimo y máximo. En el proceso de extracción de boro se ha considerado los siguientes variables:

1. Temperatura
2. Tiempo
3. Concentración de ácido

Tabla 3. 1: Niveles máximos y mínimos

Código	Factor	Unidad	Mínimo	Máximo
A	Temperatura	°C	70	80
B	Tiempo	min	20	40
C	Concentración de ácido sulfúrico	g/L	74	100

Fuente: Elaboración propia en base a niveles máximos y mínimos.

Tabla 3. 2: Matriz de diseño factorial

Nº	A	B	C	X1	X2	X3	X1X2	X1X3	X2X3	X1X2X3	Recuperación
1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	Y1
2	+1	-1	-1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	Y2
3	-1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	Y3
4	+1	+1	-1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	Y4
5	-1	-1	+1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	Y5
6	+1	-1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	-1	Y6
7	-1	+1	+1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	Y7
8	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	Y8
9	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	Y9
10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	Y10
11	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	Y11

Fuente: Elaboración propia en base a diseño factorial 2³.

Ecuación de regresión

El modelo de la ecuación es:

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_4X_1X_2 + b_5X_1X_3 + b_6X_2X_3 + b_7X_1X_2X_3$$

Donde:

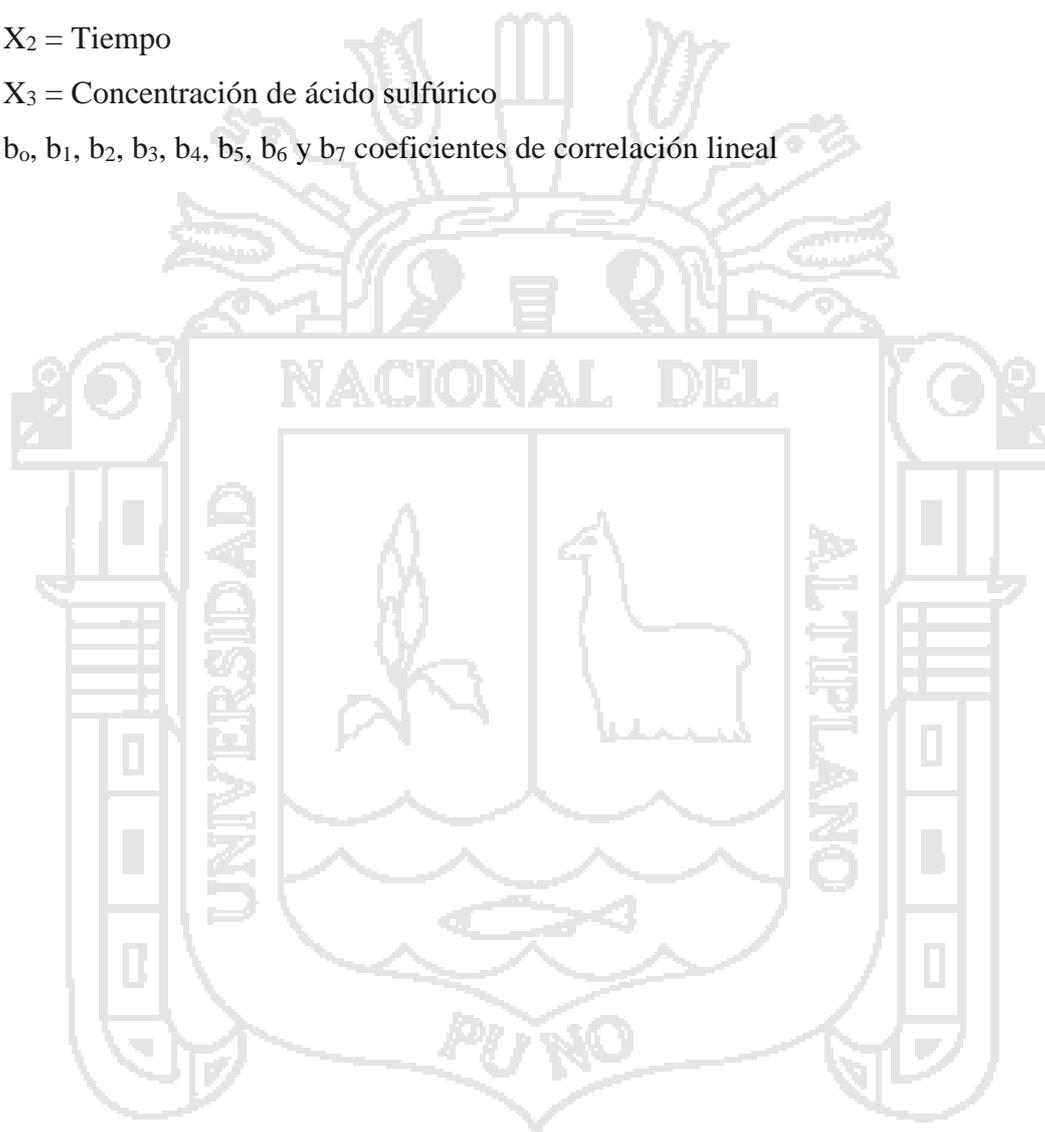
Y = Variable respuesta

X₁ = Temperatura

X₂ = Tiempo

X₃ = Concentración de ácido sulfúrico

b₀, b₁, b₂, b₃, b₄, b₅, b₆ y b₇ coeficientes de correlación lineal





4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 PRUEBAS EXPERIMENTALES DE EXTRACCIÓN DE ÁCIDO BÓRICO

Prueba N°01

Condiciones de Operación

Cantidad de mineral de ulexita	: 4.5 g
Volumen de agua	: 20 mL
pH	: 2-3
Velocidad de agitación	: 400 rpm

Nota: En esta prueba se ha cristalizado en el papel filtro en caliente, porque la cantidad de agua era insuficiente para la disolución.

Prueba N°02

Condiciones de Operación

Cantidad de mineral de ulexita	: 2.5 g
Volumen de agua	: 50 mL
Contenido de B ₂ O ₃	: 27%
pH	: 2-3
Velocidad de agitación	: 400 rpm

Prueba N°03

Condiciones de Operación

Cantidad de mineral de ulexita	: 10 g
Volumen de agua	: 200 mL
Contenido de B ₂ O ₃	: 27%
pH	: 2-3
Velocidad de agitación	: 400 rpm

De las pruebas hechas en el laboratorio se obtuvo que a menor cantidad de agua en la disolución con la Ulexita al momento de realizar la lixiviación la cristalización se hacía en el papel filtro es por eso que se optó por aumentar la cantidad de agua a 200ml. Si se aumenta la cantidad de agua al momento de la cristalización el tiempo es mucho mayor para obtener los cristales de Ácido Bórico.

Salas. A. D. (1998) en su trabajo "Cinética de Reacción en los procesos de Obtención de Bórax y Ácido Bórico" obtuvo que para temperatura fija de 110°C considera diferentes

cantidades de agua comprendidas en el rango que va de 1 a 4 L, con intervalos de 1, por kilo de mineral tratado, éste permitió concluir para el tiempo de 1,5 horas (curva) un rango de agua de 2,2 a 2,61/ Kg, de ulexita como cantidad aceptable ya que se alcanzaba una conversión de 96 a 98%.

Tabla 4. 1: Resultados de porcentaje de extracción de % B_2O_3 a 70 °C

Tiempo (min)	% B_2O_3
5	8,56
10	22,12
20	46,79
30	68,78
40	76,67
60	78,78

Fuente: Elaboración propia en base a resultados de extracción de B_2O_3

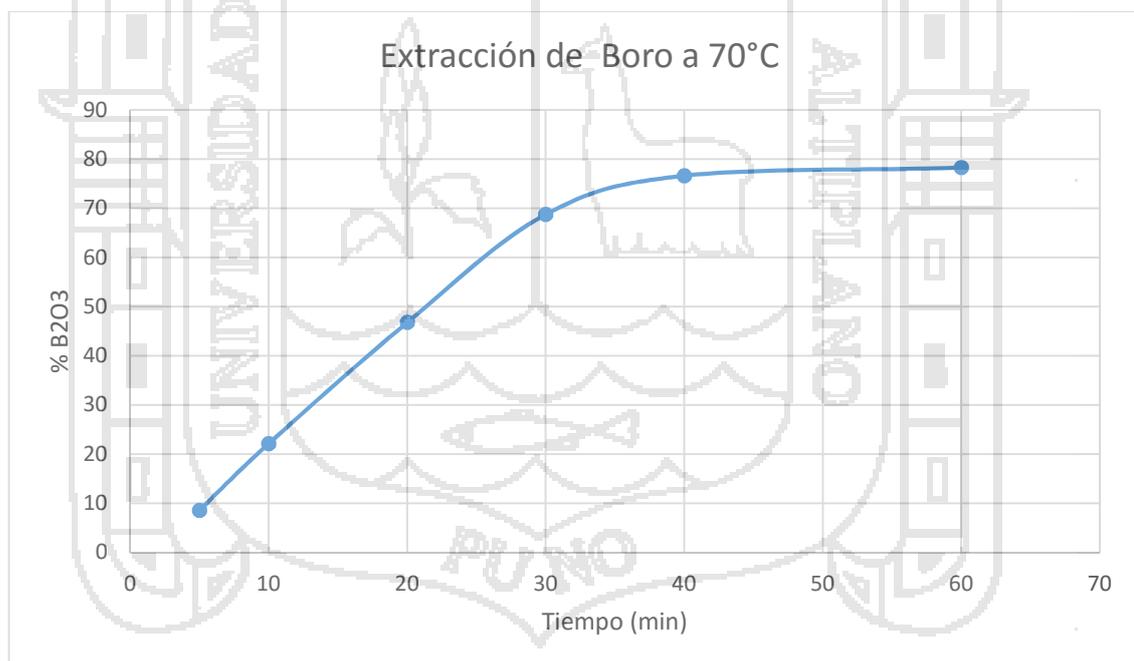


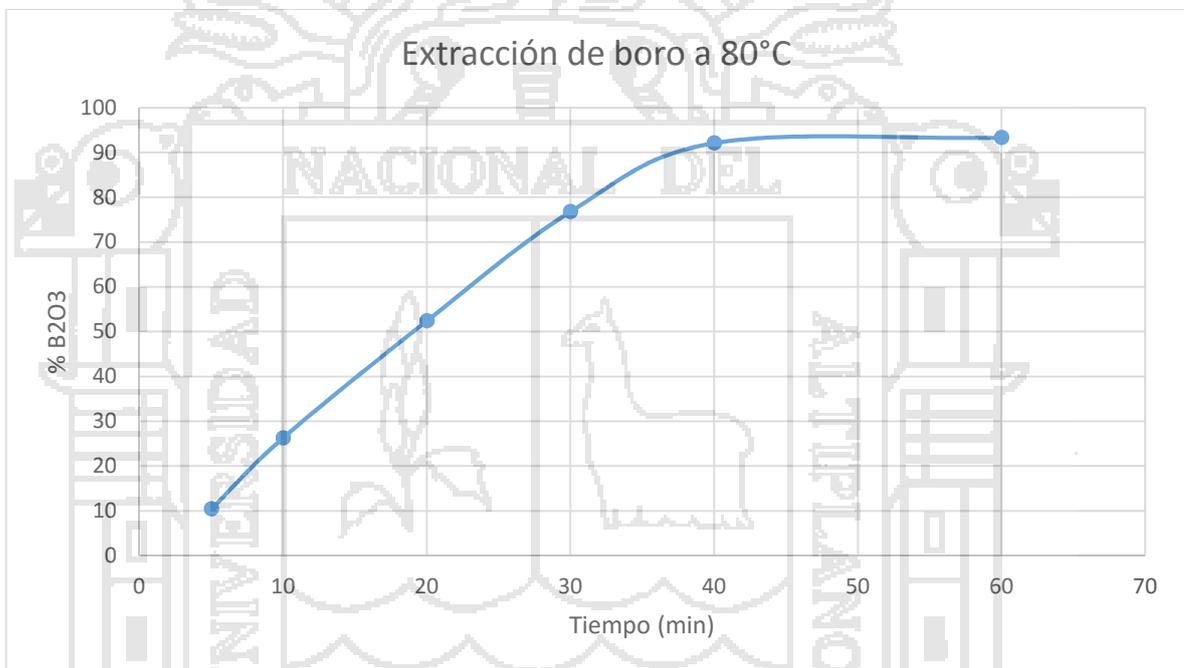
Figura 4. 1: Lixiviación de ulexita con ácido sulfúrico a 70°C

En la figura 4.1 se presenta los resultados de porcentaje de extracción de B_2O_3 en función de temperatura a partir de mineral de ulexita. El mayor porcentaje de extracción a temperatura de 70°C fue de 76,67% para un tiempo de 40 min tal como se puede apreciar en el gráfico.

Tabla 4. 2: Resultados de porcentaje de extracción de % B_2O_3 a $80^\circ C$

Tiempo (min)	% B_2O_3
5	10,46
10	26,32
20	52,45
30	76,80
40	92,13
60	93,34

Fuente: Elaboración propia en base a resultados de extracción de B_2O_3

**Figura 4. 2:** Lixiviación de ulexita con ácido sulfúrico a $80^\circ C$

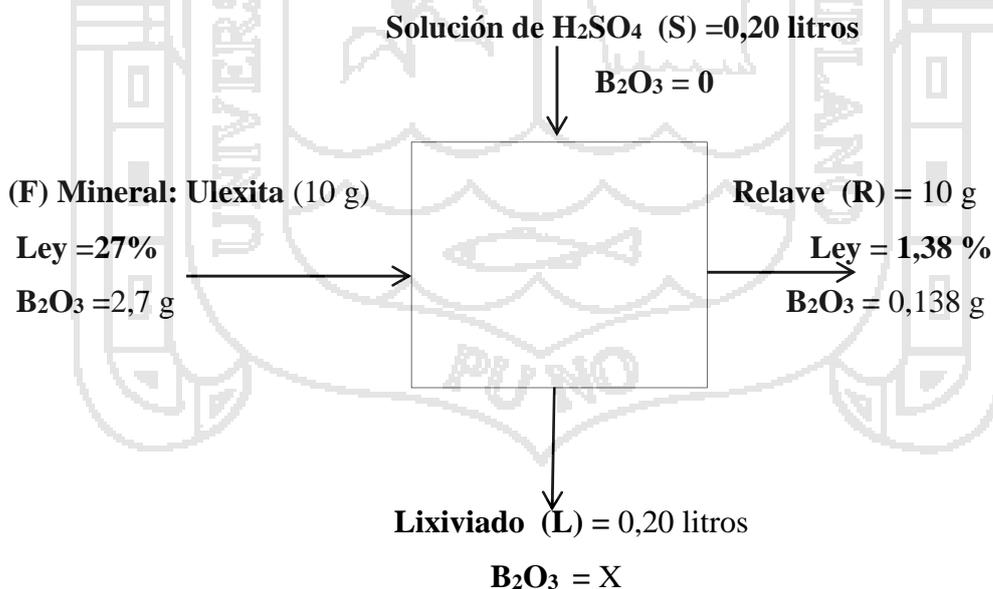
En la figura 4.2 se muestra los resultados de porcentaje de extracción de B_2O_3 a diferentes temperaturas a partir de mineral de ulexita. El mayor porcentaje de extracción de B_2O_3 a temperatura de $80^\circ C$ fue de 92,13% para un tiempo de 40 min tal como se puede apreciar en el gráfico.

Tabla 4. 3: Resultados de porcentaje de extracción de %B₂O₃ de acuerdo al diseño experimental

N° de pruebas	% B ₂ O ₃ en Mineral Ulexita	% B ₂ O ₃ en Relave Ulexita	% Extracción de B ₂ O ₃
1	27	1,38	94,89
2	27	1,19	95,59
3	27	0,86	96,81
4	27	1,13	95,81
5	27	2,11	92,20
6	27	1,21	95,52
7	27	1,43	94,70
8	27	0,40	98,52
9	27	1,16	95,70
10	27	1,11	95,89
11	27	1,13	95,81

Fuente: Elaboración propia de acuerdo a resultados obtenidos

4.2 BALANCE DE MATERIA



Balance General:

$$F + S = R + L$$

Balance de B₂O₃:

$$10 \text{ g} * 0,27 + 0,20 \text{ L} * 0 = 10 \text{ g} * 0,0138 + 0,20 * X$$

$$2,7 \text{ g} + 0 = 0,138 \text{ g} + 0,20 \text{ L} * X$$

$$X = \text{B}_2\text{O}_3 = 12,81 \frac{\text{g}}{\text{L}}$$

$$X = \text{B}_2\text{O}_3 = 12,81 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 0,2 \text{ L}$$

$$\text{B}_2\text{O}_3 = 2,562 \text{ g}$$

Nota: 2,562 g viene a ser el B₂O₃ lixiviado el mismo que será usado para determinar el % de extracción de B₂O₃.

Tabla 4. 4: Resultados de extracción de B₂O₃ según Diseño Experimental

N° de pruebas	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Concentración de H ₂ SO ₄ (g/L)	% Extracción de B ₂ O ₃
1	70	20	74	94,89
2	80	20	74	95,59
3	70	40	74	96,81
4	80	40	74	95,81
5	70	20	100	92,20
6	80	20	100	95,52
7	70	40	100	94,70
8	80	40	100	98,52
9	75	30	87	95,70
10	75	30	87	95,89
11	75	30	87	95,81

Fuente: Elaboración propia de acuerdo a resultados obtenidos

En la Tabla 4.4 se muestra los resultados de porcentaje de extracción de B₂O₃ obtenidos a partir de minerales de ulexita. Durante el proceso de lixiviación fueron controlados temperatura y pH.

Salas. A. D. (1998) en su trabajo "Cinética de reacción en los Procesos de Obtención de Bórax y Ácido Bórico" obtuvo una temperatura óptima de 110°C, puesto que a esa temperatura corresponde una conversión de 97 a 98% para el tiempo de 1,5 horas.

Cálculo de porcentaje de extracción de B_2O_3

$$\% E \quad \text{ónd } B_2O_3 = \frac{(B_2O_3 \text{ li})}{B_2O_3 \text{ e m}} X$$

$$\% E \quad \text{ónd } B_2O_3 = \frac{(2,5 \text{ g})}{2,7 \text{ g}} X$$

$$\% E \quad \text{ó d } B_2O_3 = 9,8 \%$$

4.3 TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DEL DISEÑO FACTORIAL

Tabla 4. 5: Matriz de diseño factorial

N° Ensayo	X ₁	X ₂	X ₃	% Extracción de B_2O_3
1	-1	-1	-1	94,89
2	+1	-1	-1	95,59
3	-1	+1	-1	96,81
4	+1	+1	-1	95,81
5	-1	-1	+1	92,20
6	+1	-1	+1	95,52
7	-1	+1	+1	94,70
8	+1	+1	+1	98,52
9	0	0	0	95,70
10	0	0	0	95,89
11	0	0	0	95,81

Fuente: Elaboración propia en base a resultados del matriz de diseño factorial

ATRIBUTOS DEL DISEÑO DE CRIBADO

Clase de diseño : De cribado
 Nombre del Diseño : Factorial 2^3
 Nombre del archivo : Ulexita.sfx
 Comentario : Extracción de boro

Diseño Base

Número de factores experimentales : 3
 Número de bloques : 1

Número de respuestas	: 1
Número de corridas	: 11, incluyendo 3 puntos centrales por bloque
Grados de libertad para el error	: 4
Aleatorizar	: Sí

Tabla 4. 6: Niveles máximos y mínimos

<i>Factores</i>	<i>Bajo</i>	<i>Alto</i>	<i>Unidades</i>	<i>Continuo</i>
Temperatura	70	80	°C	Sí
Tiempo	20	40	Minutos	Sí
Concentración de ácido sulfúrico	74	100	g/L	Sí

Puente: Niveles máximos y mínimos estimados por programa STATGRAPHICS

Ha creado un diseño Factorial el cual estudiará los efectos de 3 factores en 11 corridas. El diseño deberá ser ejecutado en un solo bloque. El orden de los experimentos ha sido completamente aleatorizado. Esto aportará protección contra el efecto de variables ocultas.

NOTA: Si utilizó aumentar diseño para agregar una fracción a un diseño factorial fraccionada, deberá verificar el patrón alias usando las opciones tabulares. Si existe una confusión inusual, el número de grados de libertad para estimar el error experimental puede ser más grande de lo que se muestra en el resumen.

4.4 ANÁLISIS DE VARIANZA

Tabla 4. 7: Análisis de varianza para extracción de B₂O₃

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Temperatura	5,8482	1	5,8482	28,77	0,0058
B:Tiempo	7,2962	1	7,2962	35,89	0,0039
C:Concentración de ácido sulfúrico	0,5832	1	0,5832	2,87	0,1655
AB	0,18	1	0,18	0,89	0,4000
AC	6,9192	1	6,9192	34,04	0,0043
BC	1,4112	1	1,4112	6,94	0,0579
Error total	0,813073	4	0,203268		
Total (corr.)	23,0511	10			

Fuente: ANOVA estimado por programa STATGRAPHICS Centurión XVI

R-cuadrada = 96,4727 porciento

R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 91,1818 porciento

Error estándar del est. = 0,450853

Error absoluto medio = 0,258512

Estadístico Durbin-Watson = 1,41955 (P=0,0566)

Autocorrelación residual de Lag 1 = 0,243674

La tabla 4.7 ANOVA particiona la variabilidad de rendimiento de extracción de boro separadas para cada uno de los efectos. Entonces prueba la significancia estadística de cada efecto comparando su cuadrado medio contra un estimado del error experimental. En este caso, 3 efectos tienen un valor-P menor que 0,05 indicando que son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 95,0%.

El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 96,4727% de la variabilidad en rendimiento de extracción. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 91,1818%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 0,450853. El error medio absoluto (MAE) de 0,258512 es el valor promedio de los residuos. El estadístico de Durbin-Watson (DW) prueba los residuos para determinar si haya alguna correlación significativa basada en el orden en que se presentan los datos en el archivo. Puesto que el valor-P es mayor que 5,0%, no hay indicación de autocorrelación serial en los residuos con un nivel de significancia del 5,0%.

Efectos estimados para rendimiento de extracción (%)

Tabla 4. 8: Variabilidad de efectos estimados

<i>r Estd.</i>	<i>V.I.F.</i>		
promedio	95,5855	0,135937	
A:Temperatura	1,71	0,318801	1,0
B:Tiempo	1,91	0,318801	1,0
C:Concentración de ácido sulfúrico	-0,54	0,318801	1,0
AB	-0,3	0,318801	1,0
AC	1,86	0,318801	1,0
BC	0,84	0,318801	1,0

Fuente: Efectos estimados por programa STATGRAPHICS Centurión XVI

Esta tabla 4.8 muestra las estimaciones para cada uno de los efectos estimados y las interacciones. También se muestra el error estándar de cada uno de estos efectos, el cual mide su error de muestreo. Note también que el factor de inflación de varianza (V.I.F.) más grande, es igual a 1,0. Para un diseño perfectamente ortogonal, todos los factores serían igual a 1. Factores de 10 o más normalmente se interpretan como indicativos de confusión seria entre los efectos.

Para graficar los estimados en orden decreciente de importancia, seleccione diagrama de pareto de la lista de opciones gráficas. Para probar la significancia estadística de los efectos, seleccione Tabla ANOVA de la lista de Opciones Tabulares. Puede retirar efectos significativos pulsando el botón secundario del ratón, seleccionando opciones de análisis, y pulsando el botón de Excluir.

4.5 ESTIMACIÓN DE EFECTOS Y MODELO MATEMÁTICO

Tabla 4. 9: Coeficiente de regresión para rendimiento de extracción de B2O3

Coeficiente	Estimado
Constante	176,742
A:Temperatura	-0,983769
B:Tiempo	0,0394231
C:Concentración de ácido sulfúrico	-1,19077
AB	-0,003
AC	0,0143077
BC	0,00323077

Fuente: Coeficientes estimados por programa STATGRAPHICS Centurión XVI

Esta tabla 4.9 muestra la ecuación de regresión que se ha ajustado a los datos. La ecuación del modelo ajustado es:

$$\text{Rendimiento de extracción} = 176,742 - 0,983769 * \text{Temperatura} + 0,0394231 * \text{Tiempo} - 1,19077 * \text{Concentración de ácido sulfúrico} - 0,003 * \text{Temperatura} * \text{Tiempo} + 0,0143077 * \text{Temperatura} * \text{Concentración de ácido sulfúrico} + 0,00323077 * \text{Tiempo} * \text{Concentración de ácido sulfúrico}$$

En donde los valores de las variables están especificados en sus unidades originales. Para hacer que STATGRAPHICS evalúe esta función, seleccione Predicciones de la lista de

opciones tabulares. Para graficar la función, seleccione gráficas de respuesta de la lista de opciones gráficas.

4.6 RESPUESTA DE OPTIMIZACIÓN

Optimizar Respuesta

Meta: maximizar Rendimiento de extracción

Valor óptimo = 98,3255 (% de extracción de B_2O_3)

Tabla 4. 10: Variables óptimas de extracción de B_2O_3

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Temperatura	70,0	80,0	80,0
Tiempo	20,0	40,0	40,0
Concentración de ácido sulfúrico	74,0	100,0	100,0

Fuente: Variables óptimas estimados por programa STATGRAPHICS Centurión

Esta tabla muestra la combinación de los niveles de los factores, la cual maximiza rendimiento de extracción sobre la región indicada. Use el cuadro de diálogo de opciones de ventana para indicar la región sobre la cual se llevará a cabo la optimización. Puede establecer el valor de uno o más factores a una constante, estableciendo los límites alto y bajo en ese valor.

La tabla 4.4 muestra la combinación de los niveles de los factores, la cual maximiza el % de extracción de B_2O_3 del mineral de ulexita. También muestra la combinación de factores a la cual se alcanza el óptimo. La máxima optimización alcanzada en la extracción es 98,52 %. Así mismo muestra las variables óptimas como la temperatura 80°C; tiempo de extracción 40 minutos y concentración de ácido sulfúrico 100 g/L.

Parra. Z. R; Morales. V. M. (2013) En su trabajo "Estudio básico para la obtención de Ácido Bórico a partir de la Ulexita y Dióxido de Carbono" obtiene un Ácido Bórico con una pureza de 99.75%.

4.7 DIAGRAMA DE PARETO

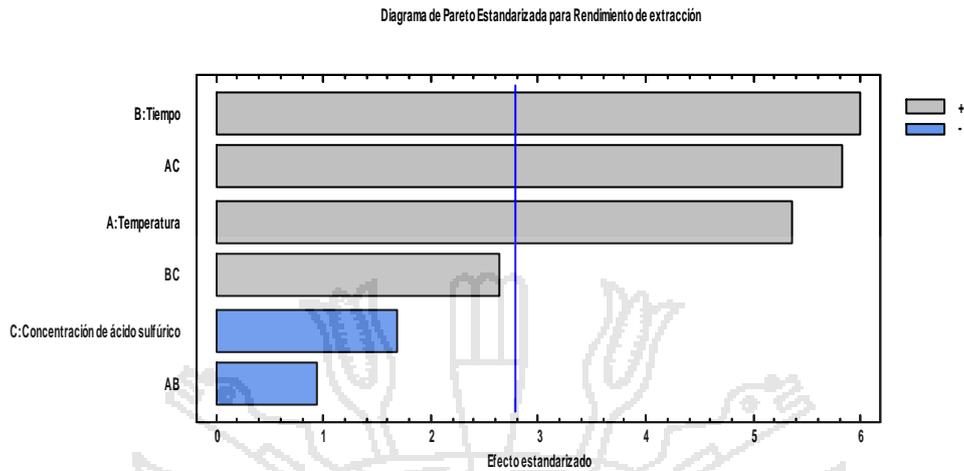


Figura 4. 3: Diagrama de Pareto

En la figura 4.3 nos muestra las variables significativas, el tiempo y la temperatura son significativas, seguido de las interacciones tiempo y concentración de ácido sulfúrico, así mismo la concentración de ácido sulfúrico es significativo.

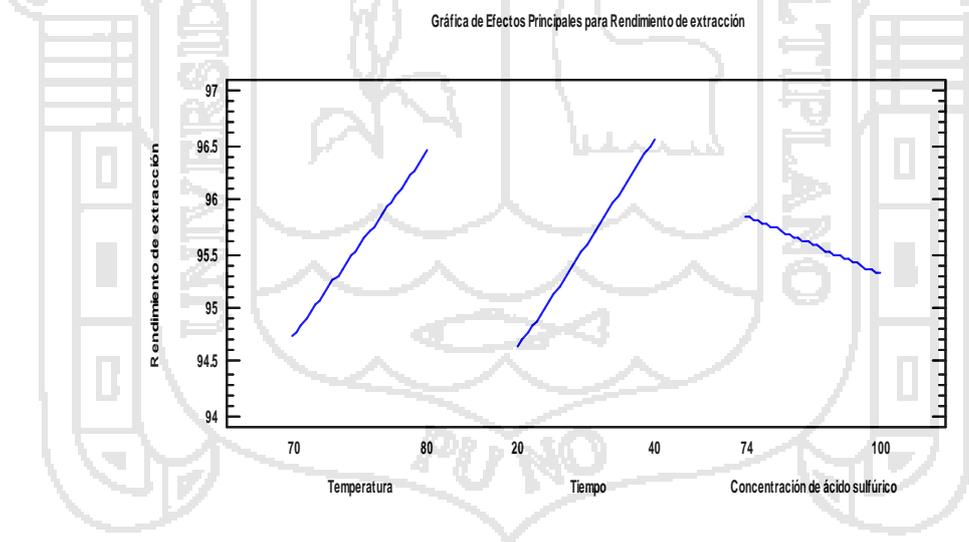


Figura 4. 4: Gráfica de efectos principales

La figura 4.4 nos muestra contornos de la superficie de respuesta estimada para extracción de boro. Las recuperaciones de B_2O_3 mostrado en los contornos de la superficie de respuesta son de 96,5% y 96% en función de temperatura, tiempo y concentración de ácido sulfúrico.

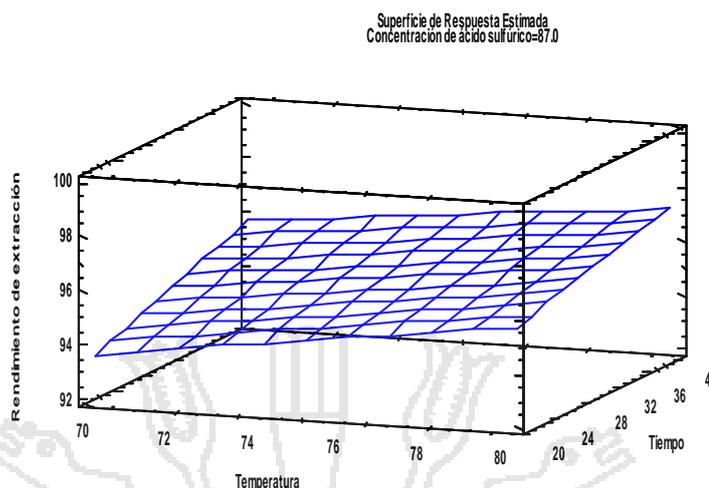


Figura 4. 5: Superficie de respuesta

La figura 4.5 nos muestra contornos de superficie de respuesta para extracción de boro. La recuperación de B_2O_3 es aproximadamente el 98% en función de temperatura y tiempo. La concentración de ácido sulfúrico estimado es 87 g/L.

Tabla 4. 11: Resultados estimados para rendimiento de extracción

	<i>Observados</i>	<i>Ajustados</i>	<i>Inferior 95.0%</i>	<i>Superior 95.0%</i>
<i>Fila</i>	<i>Valores</i>	<i>Valores</i>	<i>para Media</i>	<i>para Media</i>
1	92,2	92,0055	90,8576	93,1533
2	94,89	95,2455	94,0976	96,3933
3	95,52	95,8755	94,7276	97,0233
4	98,52	98,3255	97,1776	99,4733
5	95,7	95,5855	95,208	95,9629
6	95,81	96,1655	95,0176	97,3133
7	94,7	95,0555	93,9076	96,2033
8	96,81	96,6155	95,4676	97,7633
9	95,89	95,5855	95,208	95,9629
10	95,81	95,5855	95,208	95,9629
11	95,59	95,3955	94,2476	96,5433

Fuente: Resultados estimados por programa STATGRAPHICS Centurión XVI

Promedio de 3 puntos centrales = 95,8

Promedio de las predicciones del modelo al centro = 95,5855

Esta tabla contiene información acerca de los valores de rendimiento de extracción generados usando el modelo ajustado. La tabla incluye:

- (1) los valores observados de rendimiento de extracción (si alguno)
- (2) el valor predicho de rendimiento de extracción usando el modelo ajustado
- (3) intervalos de confianza del 95,0% para la respuesta media

Cada ítem corresponde a los valores de los factores experimentales en una fila específica de su archivo de datos. Para generar pronósticos para las combinaciones adiciones de los factores, agregue filas al final su archivo de datos. En cada nueva fila, introduzca valores para los factores experimentales pero deje vacía la celda para la respuesta. Cuando regrese a esta ventana, se habrán agregado pronósticos a la tabla para las nuevas filas pero el modelo no se verá afectado.

Tabla 4. 12: Camino de máximo ascenso para rendimiento de extracción

Temperatura	Tiempo	Concentración de ácido sulfúrico	Predicción para Rendimiento de extracción
(°C)	(Minutos)	(g/L)	(%)
75,0	30,0	87,0	95,5855
76,0	32,2759	86,59	95,9666
77,0	34,5703	87,0906	96,3385
78,0	36,7729	88,4561	96,7484
79,0	38,8133	90,4713	97,2308
80,0	40,679	92,9036	97,8035

Fuente: Predicciones estimados por programa STATGRAPHICS Centurión XVI.

Esta tabla muestra el trayecto de máximo ascenso (o descenso). Este es el trayecto, desde el centro de la región experimental actual, a través del cual la respuesta estimada cambia más rápidamente con un cambio menor en los factores experimentales. Indica buenas características para ejecutar experimentos adicionales si el objetivo es incrementar o decrementar rendimiento de extracción. Actualmente, 6 puntos se han generado cambiando temperatura en incrementos de 1,0 °C. Puede especificarse la cantidad de cambio en cualquiera de los factores presionando el botón secundario del ratón y seleccionando opciones de ventana. STATGRAPHICS determinará entonces cuanto

tendrán que cambiar los otros factores para mantenerse en el trayecto del máximo ascenso. El programa también calcula el rendimiento de extracción estimada en cada uno de los puntos del trayecto, con los cuales pueden compararse los resultados si es que se corren esos ensayos.

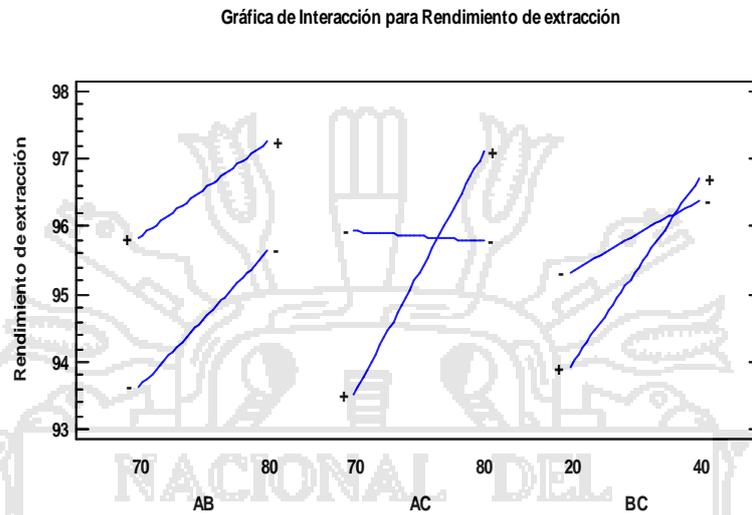


Figura 4. 6: Gráfico de interacciones para extracción de B₂O₃

5.1 CONCLUSIONES

Los Resultados de la Obtención del Ácido Bórico a partir del mineral de Ulexita se desarrollan a continuación:

- Las condiciones óptimas del proceso de extracción del B_2O_3 es:

Temperatura	: 80°C
Tiempo	: 40 min
Concentración de ácido sulfúrico	: 100 g/L

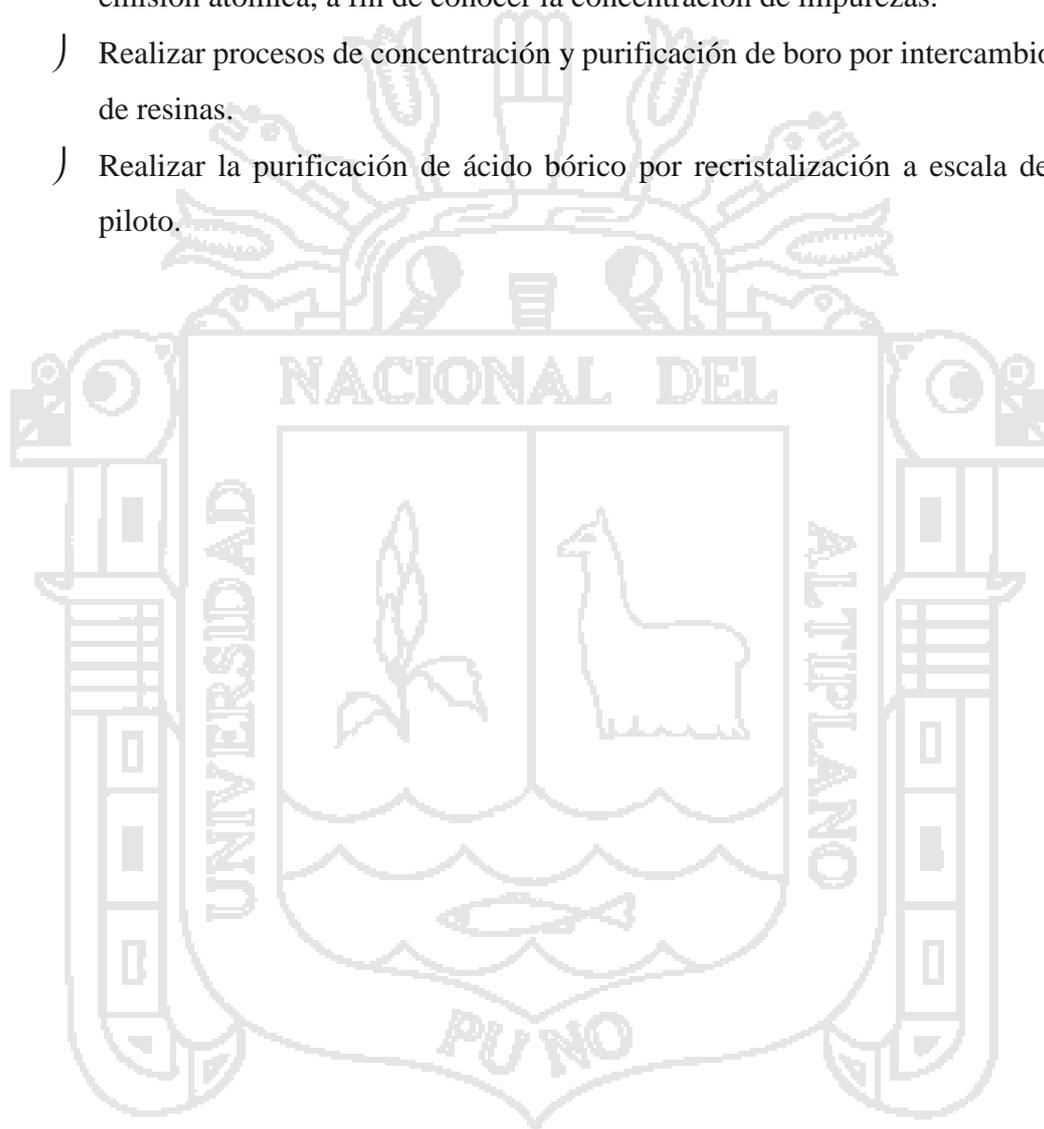
La temperatura y el tiempo son factores muy importantes, dado que a mayor temperatura y mayor tiempo se incrementa el porcentaje de extracción de B_2O_3 .

- La concentración de ácido sulfúrico es determinante en la extracción de B_2O_3 . A mayor concentración de ácido sulfúrico existe mayor disolución de B_2O_3 .
- El ácido bórico se obtiene después de lixiviación y separación sólido-líquido por evaporación durante 24 horas en estufa a temperatura de 70°C. Mediante análisis químico se ha determinado el contenido de B_2O_3 en mineral de ulexita, cuyo valor fue de 27% de B_2O_3 , el mismo que fue extraído con solución de ácido sulfúrico.
- El modelo matemático que permite optimizar la extracción del B_2O_3 es:

$$\begin{aligned} \text{Rendimiento de extracción} = & 176,742 - 0,983769 * \text{Temperatura} + \\ & 0,0394231 * \text{Tiempo} - 1,19077 * \text{Concentración de ácido sulfúrico} - \\ & 0,003 * \text{Temperatura} * \text{Tiempo} + 0,0143077 * \text{Temperatura} * \text{Concentración de} \\ & \text{ácido sulfúrico} + 0,00323077 * \text{Tiempo} * \text{Concentración de ácido sulfúrico.} \end{aligned}$$

5.2 RECOMENDACIONES

- J Estudiar la cinética de extracción de B_2O_3 .
- J Realizar extracción de ácido bórico con ácido carbónico
- J Estudiar la influencia de factores, como la temperatura, impurezas en el proceso de obtención del ácido bórico.
- J Caracterizar los lixiviados de boro mediante técnicas de espectroscopia de emisión atómica, a fin de conocer la concentración de impurezas.
- J Realizar procesos de concentración y purificación de boro por intercambio iónico de resinas.
- J Realizar la purificación de ácido bórico por recristalización a escala de planta piloto.



5.3 BIBLIOGRAFÍA

Ahmet, E., Nizamettin, D., Asim, K. (2008). Dissolution kinetics of ulexite in acetic acid solutions, *Chemical Engineering Research and Design*, 86, 1011-1016.

APHA-AWWA-WPCF. (1992). *Métodos Normalizados, para el Análisis Aguas Potables y Residuales*, Ediciones Díaz de Santos. S.A.

Burriel, M., F., Lucena, C., F., (1989). “*Química Analítica Cualitativa*”, Decimoctava edición, Ed. Thomson, España.

Cochran, W. G., Cox, G. M., (1997), *Diseños experimentales*, Trillas, 2da edición, México.

Cornelius, S. Hurlbut, Jr. (1980). *Manual de Mineralogía de Dana*. Segunda edición. Editorial Reverté, S. A. México.

Chang. Raymond. (2003). *Fisicoquímica, para las ciencias químicas y biológicas*, Sexta Edición, McGraw-Hill, México.

Díaz, A.; Amésquita, M.; Zedano, J. & Acosta, H. (2006) - Síntesis geológica, mercado y perspectivas de los minerales de baritina, boratos, sales y azufre en el Perú, informe inédito. Lima: Instituto Geológico Minero y Metalúrgico, 145 p. (disponible en A.T. Ingemmet A5721)

Domic M, Esteban, (2001). *Hidrometalurgia, Fundamentos, Procesos y Aplicaciones*. Primera Edición, Andros Impresores Ltda. Santa Elena 1955, Santiago-Chile.

Erbil Kavci, Turan Calban, Sabri Colak, Soner Kuslu. (2014). Leaching kinetics of ulexite in sodium hydrogen sulphate solutions, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 20, 2625-2631.

Evans, R. K., 1986. “Further developments of the Salar de Atacama, Chile”. 7th *Industrial Minerals International Congress*, Monte Carlo: 87-91.

Glandt, Eduardo D., (2001). *Optimization of Chemical Processes*, Segunda Edición, Me Graw-Hill Higher Education, University of Pennsylvania.

Instituto Geológico Minero y Metalúrgico (2000) - Estudio de los recursos minerales del Perú, Franja No. 1. INGEMMET, Boletín, Serie B: Geología Económica.

KOSTICK, D. S., 1994. “Soda Ash”. En: *Industrial Minerals and Rocks* .6th Edition Donald D. Carr Senior Editor. AIME, 929-958.

KUNASZ, I., 1983. “Lithium Raw Materials” *Industrial Minerals and Rocks*. 5th Edition, (2): 876.

McCabe, L. W., Smit, J. C., Harriott, P. (1998). Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. Editorial McGraw-Hill, Inc., España.

Nies, N. O., Hulbert, R. W. (1967). Solubility Isotherms in the Sodium Oxide-Boric Oxide-Water. J. Chem. Eng. Data 12, 3, 303-313.

Nizamettin, D., Asim, K. (2007). Dissolution Kinetics of ulexite in perchloric acid solutions, International Journal of Mineral Processing, 83, 76-80.

Nizamettin D., Nazli B., Celal A. (2013). Dissolution of thermally dehydrated ulexite in ammonium acetate solutions, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 23, 1797-1803.

Ozkan Kucuk, M. Muhtar Kocakerim. (2005). Optimization of dissolution of ulexite en wáter saturated with sulphur dioxide, Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, 44, 1005-1011.

Parra. Z. R; Morales. V. M. (2013) “Estudio básico para la obtención de Ácido Bórico a partir de la Ulexita y Dióxido de Carbono”. Revista Boliviana de Química, 30, 42-49

Pocovi, R. E., Latre, A.A., Skaf, O.A. (1994). Improved Process for concentration of Ulexite and Boric Acid Production. Proceedings of the International Conference Hydrometallurgy. England, Published by Chapman & Hall, London.

Salas. A. D. (1998) “Cinética de reacción en los Procesos de Obtención de Bórax y Ácido Bórico” .Universidad Nacional del Altiplano – Puno. Carrera profesional de Ingeniería Metalúrgica.

Sancho, José; Verdeja, Luís Felipe, (1998). Metalurgia Extractiva, Volumen I y II Editorial Síntesis, México.

SRI, (1990). Chemical Economics Handbook, International (USA).

Valdez, S., Orce, A., Flores, H., Mattarella, L. (2014). Sodium sulfate recovery from boric liquors, International Journal of Mineral Processing, 133, 23-28.

5.4 ANEXOS



Foto 01: Mineral de Ulexita



Foto 02: Molido de mineral de ulexita



Foto 03: Mineral de ulexita molido



Foto 04: Mineral de ulexita molido para lixiviación



Foto 05: Pesado de mineral de ulexita



Foto 06: Preparación de solución de ácido sulfúrico



Foto 07: lixiviación de mineral de ulexita



Foto 08: Medición de temperatura durante la lixiviación



Foto 09: Lixiviación de mineral de ulexita por agitación



Foto 10: Lixiviación de mineral de ulexita a alta velocidad



Foto 11: Filtración para separación sólido-líquido



Foto 12: Lavado de filtrado con agua caliente



Foto 13: Filtración después del lavado



Foto 14: Residuo de mineral ulexita



Foto 15: Relave del mineral de ulexita

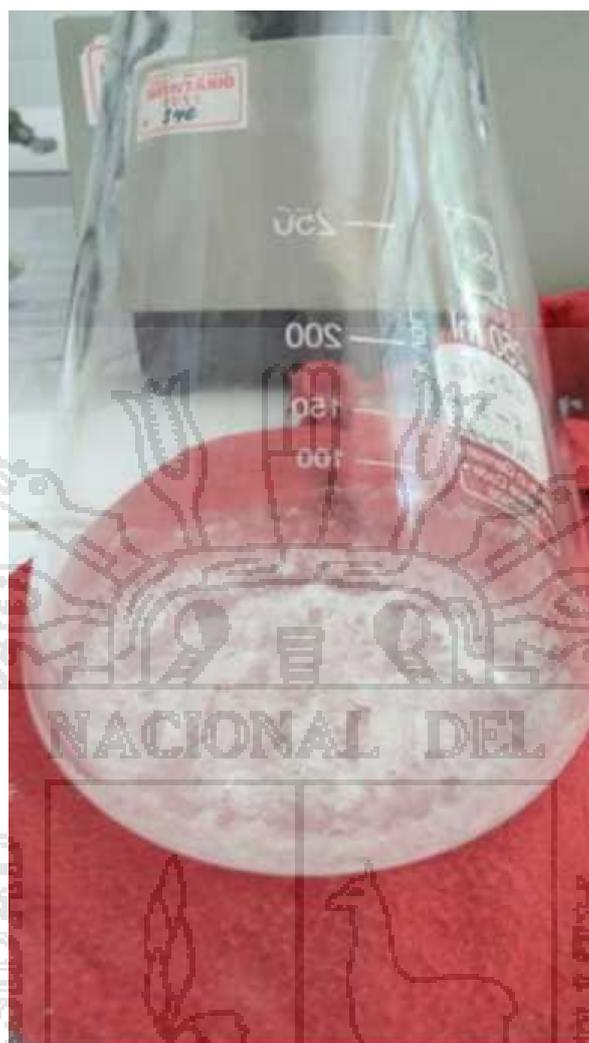


Foto 16: Cristales del ácido bórico obtenido



Foto 17: Ácido bórico obtenido

NORMA TÉCNICA
PERUANA

NTP 311.307
1988 (Revisada el 2010)

Comisión de Normalización y de Fiscalización de Barreras Comerciales no Arancelarias-INDECOPI

Calle de La Prosa 104, San Borja (Lima 41) Apartado 145

Lima, Perú

PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido
bórico técnico. Requisitos

INDUSTRIAL CHEMICAL PRODUCTS. Technical boric acid. Requirements

2010-12-29

1ª Edición

R.0042-2010/CNB-INDECOPI. Publicada el 2011-02-23

I.C.S.: 71.060.30

Precio basado en 04 páginas

ESTA NORMA ES RECOMENDABLE

Descriptores: Producto químico, químico, ácido bórico técnico, ácido, bórico, requisito

PRÓLOGO

(De Revisión 2010)

A. RESEÑA HISTÓRICA

A.1 La presente Norma Técnica Peruana se encuentra dentro de la relación de normas incluidas en el Plan de Revisión y Actualización de Normas Técnicas Peruanas, aprobadas durante la gestión del ITINTEC (periodo 1966-1992).

A.2 La NTP 311.307:1988 fue aprobada mediante resolución R.D. N° 1376-88 ITINTEC DG 88-11-11 y el Comité Técnico de Normalización de Tecnología química, Sub Comité Técnico de Normalización de Productos químicos industriales, acordó en su sesión de 2010-09-17, mantenerla vigente.

A.3 La Comisión de Normalización y de Fiscalización de Barreras Comerciales No Arancelarias (CNB), aprobó mantener vigente la presente norma, oficializándose como ~~NTP 311.307:1988 (Revisada el 2010)~~ PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido bórico técnico. Requisitos, el 23 de febrero de 2011.

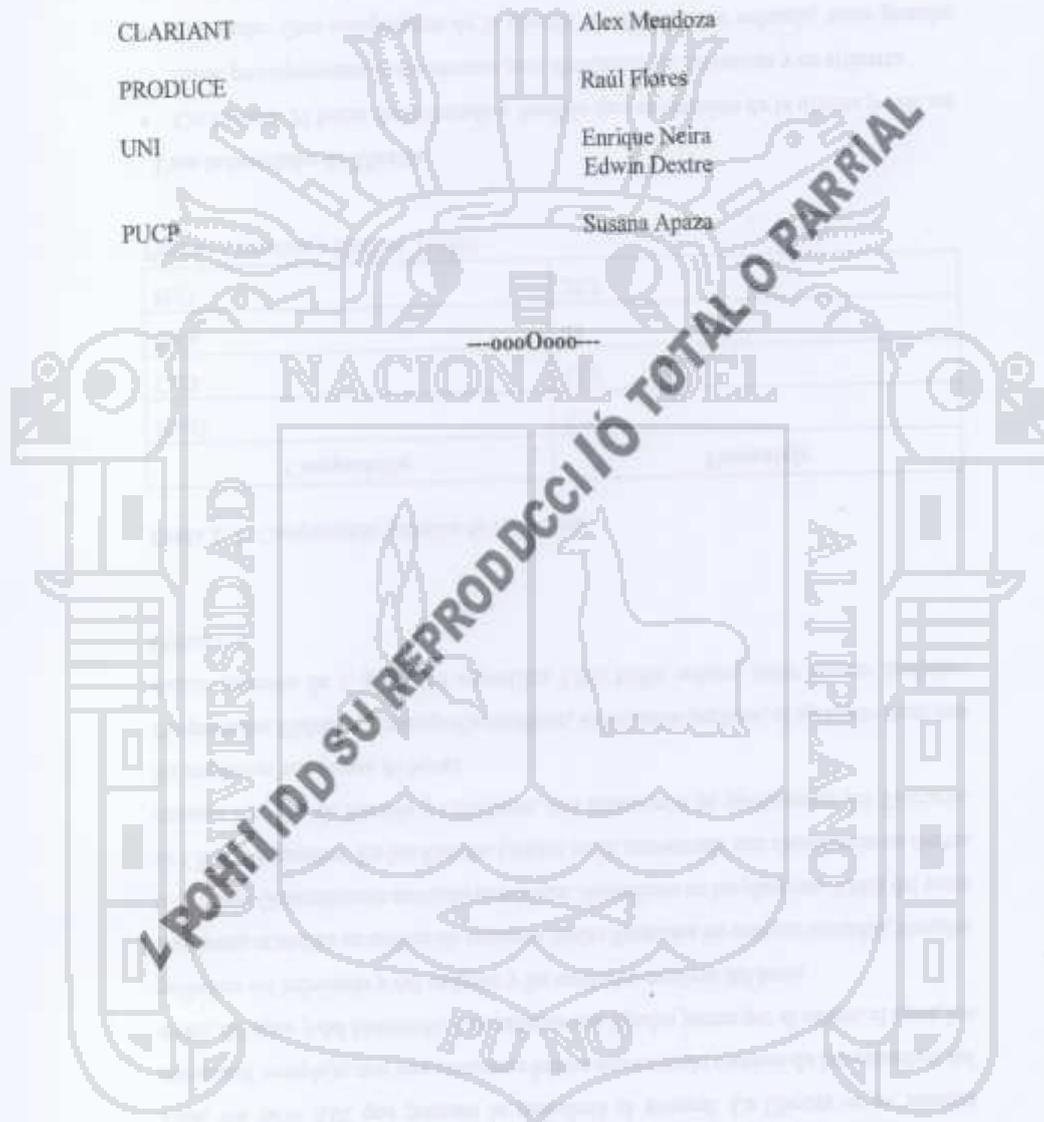
NOTA: Cabe resaltar que la relación de la presente NTP se ha realizado con el objetivo de determinar su vigencia, mas no su actualización.

A.4 La presente Norma Técnica Peruana reemplaza a la NTP 311.307:1988 PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido bórico técnico. Requisitos. Las Normas Técnicas Peruanas que fueron dejadas sin efecto no figuran en la presente edición.

B. INSTITUCIONES MIEMBROS DEL CTN DE TECNOLOGÍA QUÍMICA

Secretaría	Colegio de Químicos del Perú
Secretaria CTN	Betty Chung Tong
Secretario SCTN	José Arauzo

ENTIDAD	REPRESENTANTE
QUIMPAC	Domingo Puruguay
SUDCHEMIE	Carmen Milla
CLARIANT	Alex Mendoza
PRODUCE	Raúl Flores
UNI	Enrique Neira Edwin Dextre
PUCP	Susana Apaza



NORMA TÉCNICA
PERUANANTP 311.307
1 de 4

PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido bórico técnico. Requisitos

1. NORMAS A CONSULTAR

NTP 311.308	PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido bórico técnico. Determinación del contenido de ácido bórico
NTP 311.309	PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Bórax técnico. Determinación de la materia insoluble en agua
NTP 311.312	PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido bórico técnico. Determinación del contenido de humedad
NTP 311.214	PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Carbonato de sodio para uso industrial. Muestreo
NMP 001	PRODUCTOS ENVASADOS. Rotulado

2. OBJETO

2.1 La presente Norma Técnica Peruana establece las características y requisitos que debe cumplir el ácido bórico técnico.

NORMA TÉCNICA
PERUANANTP 311.307
2 de 4

3. DEFINICIÓN

3.1 **ácido bórico:** Nombre común correspondiente al ácido ortobórico. Es un ácido débil cuyo peso molecular es 62 y fórmula química H_3BO_3 .

4. CLASIFICACIÓN

4.1 El ácido bórico técnico de acuerdo a su forma se clasifica en:

4.1.1 Ácido bórico en polvo

4.1.2 Ácido bórico granulado

4.1.3 Ácido bórico en escamas

5. CONDICIONES GENERALES

5.1 El ácido bórico técnico deberá ser un producto homogéneo libre de sustancias extrañas, de color blanco, untuoso al tacto e inodoro.

6. REQUISITOS

6.1 El ácido bórico técnico, en cualquiera de las presentaciones indicadas en el capítulo 4, deberá cumplir con los requisitos dados en la Tabla 1.

TABLA 1

CARACTERÍSTICA	REQUISITOS	MÉTODOS DE ENSAYO
Materia insoluble en agua, porcentaje en masa, máximo.	0,1	NTP 311.309
Ácido bórico, porcentaje en masa, mínimo	99,5	NTP 311.308
Oxido de boro B ₂ O ₃ , porcentaje en masa, mínimo	56,0	NTP 311.308
Humedad, porcentaje en masa, máximo	0,5	NTP 311.312

7. INSPECCIÓN Y RECEPCIÓN

7.1 Toma de muestras: Se efectúan de acuerdo a la NTP 311.211.

7.2 Aceptación o rechazo: Si la muestra ensayada no cumple con uno o más de los requisitos indicados en esta Norma Técnica Peruana se considera no conforme con esta Norma. En este caso, se repetirán los ensayos sobre la muestra reservada para tales efectos.

8. MÉTODOS DE ENSAYO

8.1 Materia insoluble en agua: Se efectúa según la NTP 311.309.

8.2 Ácido bórico: Se efectúa según la NTP 311.308.

8.3 Oxido de boro: Se efectúa según la NTP 311.308.

8.4 Humedad: Se efectúa según la NTP 311.312.

NORMA TÉCNICA
PERUANANTP 311.307
4 de 4

9. ROTULADO, ENVASE Y EMBALAJE

9.1 El ácido bórico técnico se envasará en recipientes de material adecuado, que lo proteja de la contaminación, conserven la calidad del producto y permitan su manejo hasta el destino final.

9.2 El rotulado deberá cumplir con la NMP 001 e incluir las siguientes indicaciones:

9.2.1 Número de Registro Industrial (RI)

9.2.2 Número de Registro de Productos Industriales (RPIN)¹⁾

9.2.3 Cualquier otro dato requerido por las disposiciones legales vigentes.

10. ANTECEDENTES

IS 263 1964 Indian Standard Specification for Boric Acid

BSI BS 3476 Boric acid and boric oxide. Technical grades

¹⁾ A la fecha no se encuentra vigente el Registro de Productos Industriales Nacionales (RPIN)

NORMA TÉCNICA
PERUANA

NTP 311.308
1988 (Revisada el 2010)

Comisión de Normalización y de Fiscalización de Barreras Comerciales no Arancelarias-INDECOPI
Calle de La Prosa 104, San Borja (Lima 41) Apartado 145

Lima, Perú

PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido
bórico técnico. Determinación del contenido de ácido
bórico

PRODUCTS OF THE CHEMICAL INDUSTRY. Technical boric acid. Determination of boric acid
content

2010-12-29
1ª Edición

R.0042-2010/CNB-INDECOPI. Publicada el 2011-02-23

Precio basado en 04 páginas

I.C.S.: 71.060.30

ESTA NORMA ES RECOMENDABLE

Descriptor: Producto químico, químico, ácido bórico, ácido, bórico, contenido

PRÓLOGO

(De Revisión 2010)

A. RESEÑA HISTÓRICA

A.1 La presente Norma Técnica Peruana se encuentra dentro de la relación de normas incluidas en el Plan de Revisión y Actualización de Normas Técnicas Peruanas, aprobadas durante la gestión del ITINTEC (periodo 1966-1992).

A.2 La NTP 311.308:1988 fue aprobada mediante resolución R.D. N° 1375-88 ITINTEC DG del 88-11-11 y el Comité Técnico de Normalización de Tecnología química, Sub Comité Técnico de Normalización de Productos químicos industriales, acordó en su sesión de 2010-09-17, mantenerla vigente.

A.3 La Comisión de Normalización y de Fiscalización de Barreras Comerciales No Arancelarias «CNB», aprobó mantener vigente la presente norma, oficializándose como **NTP 311.308:1988 (Revisada el 2010) PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido bórico técnico. Determinación del contenido de ácido bórico**, el 23 de febrero de 2011.

NOTA: Cabe resaltar que la revisión de la presente NTP se ha realizado con el objetivo de determinar su vigencia, mas no de actualización.

A.4 La presente Norma Técnica Peruana reemplaza a la NTP 311.308:1988 PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido bórico técnico. Determinación del contenido de ácido bórico. Las Normas Técnicas Peruanas que fueron dejadas sin efecto no figuran en la presente edición.

B. INSTITUCIONES MIEMBROS DEL CTN DE TECNOLOGÍA QUÍMICA

Secretaría	Colegio de Químicos del Perú
Secretaría CTN	Betty Chang Tong
Secretario SCTN	José Arauzo

ENTIDAD	REPRESENTANTE
QUIMPAC	Domingo Puruguay
SUDCHEMIE	Carmen Milla
CLARIANT	Alex Mendoza
PRODUCE	Raúl Flores
UNI	Enrique Neira Edwin Dextre
PUCP	Susana Apaza



NORMA TÉCNICA
PERUANA

NTP 311.308
1 de 4

PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido bórico técnico. Determinación del contenido de ácido bórico

1. NORMAS A CONSULTAR

1.1 Para la aplicación de la presente Norma Técnica Peruana no es necesaria la consulta específica de ninguna otra.

2. OBJETO

2.1 La presente Norma Técnica Peruana establece el método de ensayo para la determinación del ácido bórico contenido en ácido bórico técnico.

3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

3.1 Se basa en la titulación de un volumen conocido de solución de ácido bórico en presencia de manitol, sorbitol y glicerina, usando fenolftaleína como indicador.

4. REACTIVOS

4.1 Para los análisis solo se debe usar agua destilada o agua pura libre de dióxido de carbono.

Se elimina el dióxido de carbono presente, hirviendo el agua durante 10 minutos y luego enfriándolo en ausencia de dióxido de carbono atmosférico.

También se elimina el dióxido de carbono del agua burbujeando aire libre de dióxido de carbono durante 15 minutos; el aire se pasa a través de una columna que contenga lentejas de hidróxido de sodio a fin de retener el dióxido de carbono.

NORMA TÉCNICA
PERUANA

NTP 311.308
2 de 4

Se almacén el agua en ausencia de dióxido de carbono atmosférico.

4.2 Manitol neutro, sorbitol neutro o glicerina: El manitol y el sorbitol deben cumplir la siguiente condición:

5 g disueltos en 50 ml de agua libre de dióxido de carbono, requiere para su neutralización no más de 0,3 ml de hidróxido de sodio 0,02 N, usando fenolftaleína como indicador.

4.3 Ácido clorhídrico, solución patrón 0,25 N

4.4 Hidróxido de sodio, solución patrón libre de carbonatos 0,5 N

4.5 Fenolftaleína, solución etanólica 10 g/l: Se disuelve 1 g de fenolftaleína en etanol 95 % (V/V), se diluye a 100 ml con el mismo etanol y se añade hidróxido de sodio 0,02 N hasta la primera aparición.

4.6 Tetraborato de sodio decahidratado, solución de densidad 3,81 g/l.

5. APARATOS

5.1 Aparatos básicos de laboratorio químico.

6. PROCEDIMIENTO

6.1 Muestra de ensayo: Se pesa 10 g de la muestra de ensayo con una aproximación de 0,001 g se diluye calentando lentamente en una fiole de 250 ml y se enrasa a temperatura ambiente.

6.2 Se toma una alícuota de 25 ml y se transfiere a un vaso de 250 ml. Se agrega agua hasta aproximadamente 120 ml. Si se usa manitol o sorbitol se añade 15 g de este y 0,4 ml de fenolftaleína. Se titula la solución con hidróxido de sodio 0,5 N hasta distinguir un color rosado permanente.

NORMA TÉCNICA
PERUANA

NTP 311.308
3 de 4

6.3 Si se usa glicerina se añade 50 ml de esta y 0,4 ml de fenolftaleína.

Se titula la solución con hidróxido de sodio 0,5 N hasta distinguir un color rosado. Se añade 10 ml de glicerina. La titulación concluye si el color rosado permanece, de lo contrario se repite el paso anterior tantas veces hasta que el color rosado permanezca.

NOTA: Para asegurar el correcto punto final de la titulación se compara el color patrón preparado con la solución ya titulada.

El color patrón se obtiene con la mezcla de los siguientes reactivos:

- 50 ml de una solución de tetraborato de sodio decahidratado ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_{10} \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) (3,81 g/l)
- 100 ml de agua
- 7,0 ml de ácido clorhídrico 0,25 N
- 0,4 ml de fenolftaleína.

Igual volumen de esta solución y de la ya titulada deben ser comparados en vasos similares.

7. EXPRESIÓN DE RESULTADO

7.1 El contenido de ácido bórico, es dado como porcentaje en masa, por la fórmula siguiente:

$$B = \frac{V}{m} \times 3,092$$

Donde:

- B = es el porcentaje en masa de ácido bórico.
- V = es el volumen en ml de la solución de hidróxido de sodio usado en la titulación.
- m = es la masa en gramos contenida en la alicuota tomada.

7.2 El contenido de óxido de boro es dado como porcentaje en masa por la fórmula siguiente:

NORMA TÉCNICA
PERUANA

NTP 311.308
4 de 4

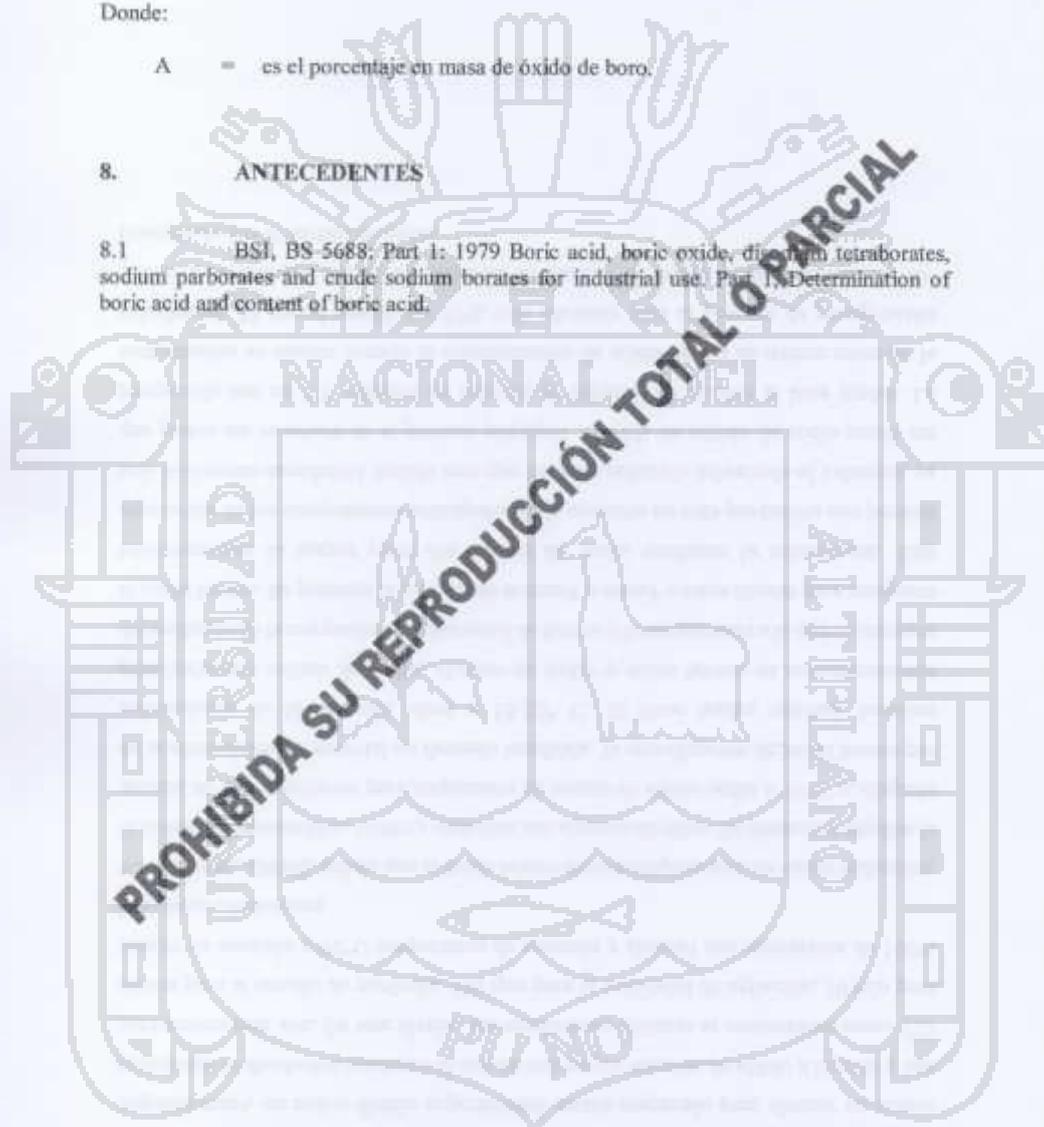
$$A = B \times 0,5631$$

Donde:

A = es el porcentaje en masa de óxido de boro.

8. ANTECEDENTES

8.1 BSI, BS-5688, Part 1: 1979 Boric acid, boric oxide, disodium tetraborates, sodium parborates and crude sodium borates for industrial use. Part 1. Determination of boric acid and content of boric acid.



NORMA TÉCNICA
PERUANA

NTP 311.312
1988 (Revisada el 2010)

Comisión de Normalización y de Fiscalización de Barreras Comerciales No Arancelarias-INDECOPI
Calle de La Prosa 138, San Borja (Lima 41) Apartado 145 Lima, Perú

PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido
bórico técnico. Determinación del contenido de humedad

INDUSTRIAL CHEMICAL PRODUCTS. Technical boric acid. Determination of humidity content

2010-09-29
1ª Edición

R.0025-2010/CNB-INDECOPI. Publicada el 2010-12-17.

Precio basado en 02 páginas.

I.C.S.: 71.060.30

ESTA NORMA ES RECOMENDABLE

Descriptor: Ácido bórico, técnico, humedad

PRÓLOGO

(De Revisión 2010)

A. RESEÑA HISTÓRICA

A.1 La presente Norma Técnica Peruana se encuentra dentro de la relación de normas incluidas en el Plan de Revisión y Actualización de Normas Técnicas Peruanas, aprobadas durante la gestión del ITINTEC (periodo 1966-1992).

A.2 La NTP 311.312:1988 fue aprobada mediante resolución R.D. N° 1138-88 ITINTEC DG de 1988-10-04 y el Comité Técnico de Normalización de Tecnología química, Sub Comité Técnico de Normalización de Productos químicos industriales, acordó en su sesión del 2010-09-17, mantenerla vigente.

A.3 La Comisión de Normalización y Fiscalización de Barreras Comerciales No Arancelarias -CNB-, aprobó mantener vigente la presente norma, oficializándose como **NTP 311.312:1988 (Revisada el 2010) PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido bórico técnico. Determinación del contenido de humedad**, el 17 de diciembre de 2010.

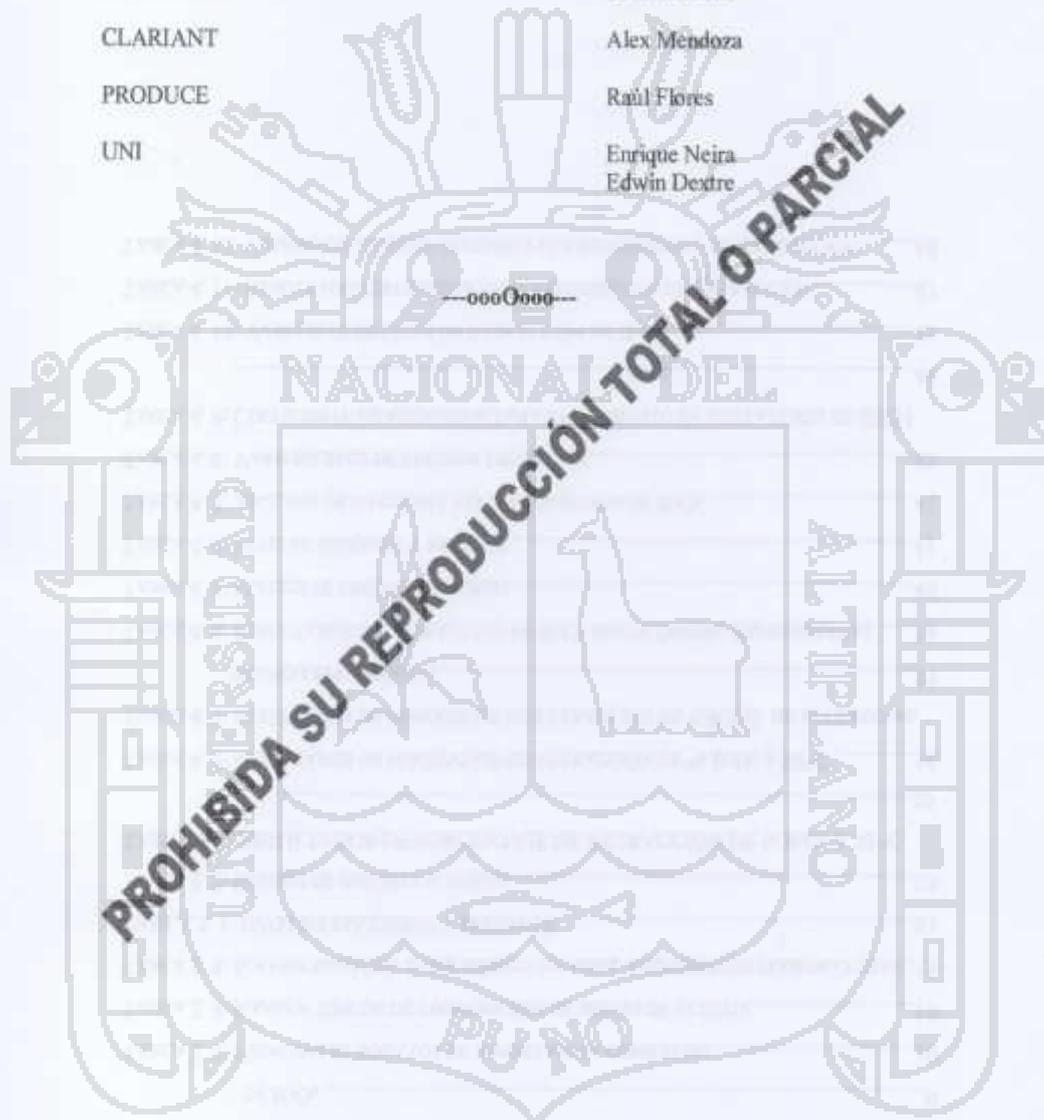
NOTA: Cabe resaltar que la revisión de la presente NTP se ha realizado con el objetivo de determinar su vigencia, más que su actualización.

A.4 La presente Norma Técnica Peruana reemplaza a la NTP 311.312:1988 **PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido bórico técnico. Determinación del contenido de humedad**. Las Normas Técnicas Peruanas que fueron dejadas sin efecto no figuran en la presente edición.

B. INSTITUCIONES MIEMBROS DEL CTN DE TECNOLOGÍA QUÍMICA - SCTN PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES

Secretaría	Colegio de Químicos del Perú
Secretaría CTN	Betty Chung Tong
Secretaría SCTN	Susana Apaza

ENTIDAD	REPRESENTANTE
QUIMPAC	José Arauzo Domingo Puruguay
SUDCHEMIE	Carmen Milla
CLARIANT	Alex Mendoza
PRODUCE	Raúl Flores
UNI	Enrique Neira Edwin Dextre



NORMA TÉCNICA
PERUANA

NTP 311.312
1 de 2

PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. Ácido bórico técnico. Determinación del contenido de humedad

1. NORMAS A CONSULTAR

1.1 Para la aplicación de la presente Norma no es necesaria la consulta específica de ninguna otra.

2. OBJETO

2.1 La presente Norma establece el método de ensayo para la determinación de la humedad en el ácido bórico.

3. APARATOS Y REACTIVOS

3.1 Balanza analítica.

3.2 Desecador.

3.3 Placa de vidrio (Placa Petri) o aluminio, circular de aproximadamente 100 mm de diámetro y 10 mm de profundidad con tapa apropiada.

3.4 Sílica gel con indicador.

4. PROCEDIMIENTO

4.1 Se seca y se determina la masa de la placa con su tapa.

NORMA TÉCNICA
PERUANA

NTP 311.312
2 de 2

- 4.2 Se pesa en la placa 10 g de muestra, lo más rápidamente posible.
- 4.3 Se esparce el material uniformemente en la placa tapando y agitando suavemente.
- 4.4 Se coloca la placa destapada y su tapa en el desecador por espacio de 6 horas a temperatura ambiente.
- 4.5 Transcurrido este tiempo se retira la placa tapada y se pesa lo más rápidamente posible.

5. EXPRESIÓN DE RESULTADOS

5.1 El contenido de humedad es dado como porcentaje en masa por la siguiente relación:

$$\text{Humedad en masa} = \frac{A \times 100}{B}$$

Donde:

- A = Pérdida de masa en gramos.
B = Masa en gramos de material tomado para el ensayo.

6. ANTECEDENTES

IS; 263-1964 Indian Standard. Specification for boric acid.