

## **ANEXOS - TESIS PREGRADO**



Titulo:

**POLIMERIZACIÓN DE AGENTES QUELATANTES Y SU USO EN EXTRACCIÓN DE METALES A PARTIR DE SOLUCIONES ACUOSAS.**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA**

**FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXÁCTAS Y DE LA EDUCACIÓN**

**DEPARTAMENTO DE QUÍMICA**

**POPAYÁN – CAUCA**

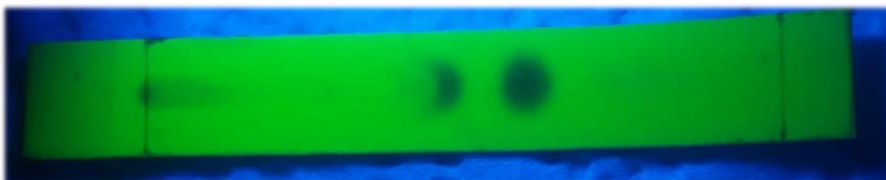
**2019**

## Tabla de Contenido

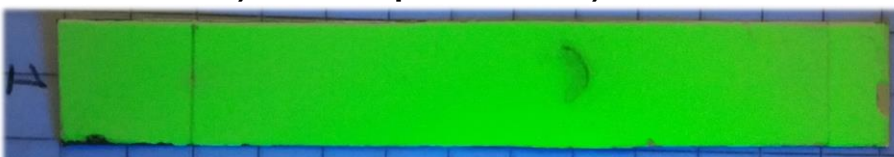
<b>Anexo 1 – Imágenes relacionadas a la síntesis del poli (N-(2-aminociclohexil)-3-hidroxipentanamida).....</b>	<b>3</b>
A1.1 Placa cromatográfica de la síntesis malónica.....	3
A1.2 Placas cromatográficas de síntesis precursores del poli (N-(2-aminociclohexil)-3-hidroxipentanamida).....	3
<b>Anexo 2 – Curvas de calibración y resultados para cuantificación de iones metálicos.....</b>	<b>4</b>
A2.1. Curvas de calibración y resultados para determinación de concentración de Au, Cu y Pb en los experimentos de selectividad con membranas 20% <sub>polimero</sub> -47% <sub>PVC</sub> -30% <sub>NPOE</sub> -3% <sub>TPB-Na</sub> y 20% <sub>polimero</sub> -47% <sub>PVC</sub> -33% <sub>NPOE</sub> .....	4
A2.2 Curvas de calibración y resultados para determinación de concentración de Au en los experimentos de tiempo de transporte con membrana 20% <sub>polimero</sub> -47% <sub>PVC</sub> -30% <sub>NPOE</sub> -3% <sub>TPB-Na</sub> ....	6
<b>Anexo 3 – Fotografías relacionadas con la extracción de metales con membranas poliméricas.....</b>	<b>8</b>
A3.1 Experimento de estabilidad del poli (N-(2-aminociclohexil)-3-hidroxipentanamida) a diferentes valores de pH.....	8
A3.2 Membranas con TPB-Na utilizadas en la extracción Au <sup>3+</sup> , Pb <sup>2+</sup> y Cu <sup>2+</sup> .....	9
<b>Anexo 4 – Fotografías y resultados relacionadas con los experimentos de determinación de espesor, composición y ciclabilidad de la membrana.....</b>	<b>9</b>
Anexo A4.1 Resultados de la extracción de Au variando el espesor de la membrana.....	9
Anexo A4.2 Resultados de la extracción de Au variando la composición de la membrana.....	10
Anexo A4.3 Resultados de la extracción de Au durante varios ciclos usando una membrana de composición 30% <sub>polimero</sub> -40% <sub>PVC</sub> -30% <sub>NPOE</sub> .....	11
<b>Anexo 5 –Resultados de los experimentos de procesos de sorción.....</b>	<b>11</b>

## Anexo 1 – Imágenes relacionadas a la síntesis del poli (N-(2-aminociclohexil)-3-hidroxi-pentanamida)

### A1.1 Placa cromatográfica de la síntesis malónica.



### A1.2 Placas cromatográficas de síntesis precursores del poli (N-(2-aminociclohexil)-3-hidroxi-pentanamida)



#### Etapa 1. Síntesis del ácido 4-pentenoico



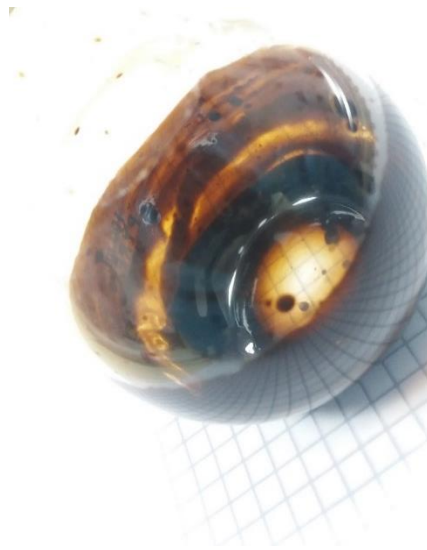
#### Etapa 2. Síntesis del ácido 3-bromo-4-pentenoico



#### Etapa 3. Síntesis del ácido 3-hidroxi-4-pentenoico



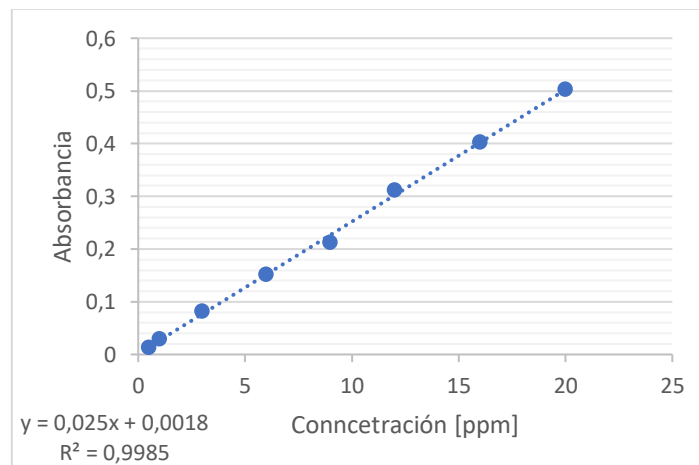
#### Etapa 4. Polimerización del ácido 3-hidroxi-4-pentenoico (superior: Monómeros, inferior: copolímero).



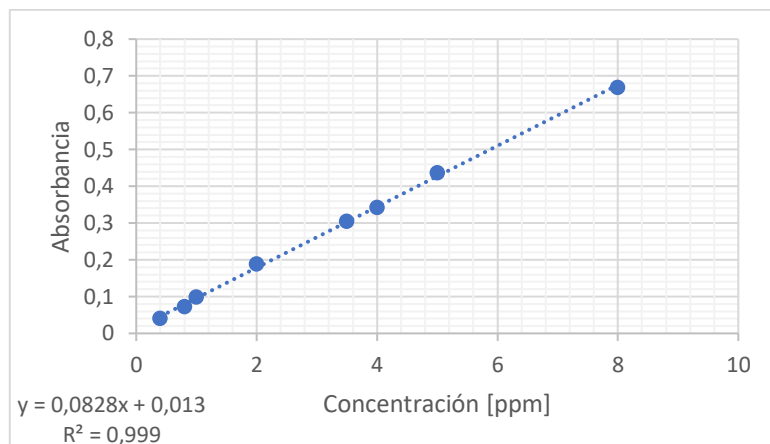
**Etapa 5.** Fotografía del polímero sintetizado poli (N-(2-aminociclohexil)-3-hidroxicincomamida).

## **Anexo 2 – Curvas de calibración y resultados para cuantificación de iones metálicos**

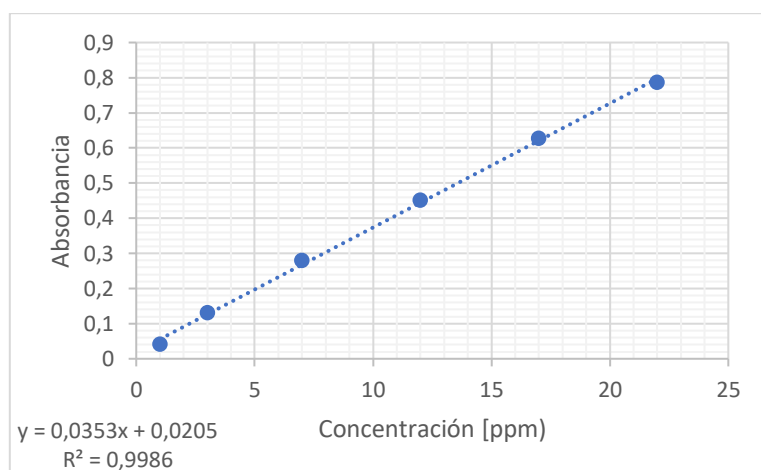
**A2.1. Curvas de calibración y resultados para determinación de concentración de Au, Cu y Pb en los experimentos de selectividad con membranas 20%polímero-47%PVC-30%NPOE-3%TPB-Na y 20%polímero-47%PVC-33%NPOE.**



**Curva de calibración 1.** para la determinación de concentración de Au en los experimentos de selectividad.



**Curva de calibración 2.** para la determinación de concentración de Cu en los experimentos de selectividad.



**Curva de calibración 3.** para la determinación de concentración de Pb en los experimentos de selectividad.

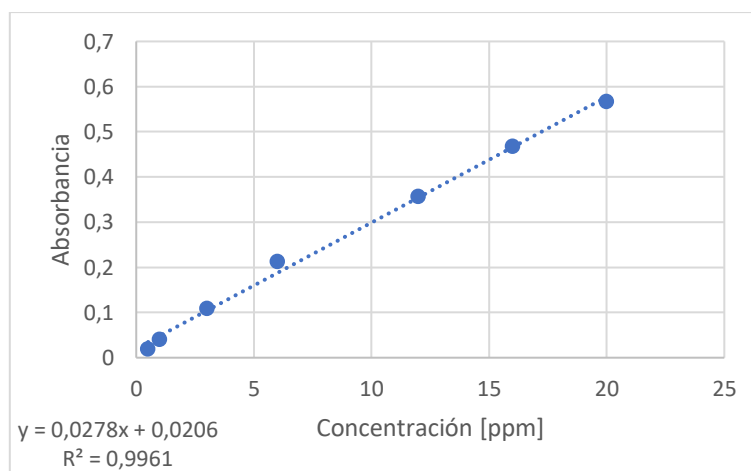
Tabla de resultados para los experimentos de selectividad con membrana 20%polimero-47%PVC-30%NPOE-3%TPB-Na. (No hay factor de dilución para el cálculo de concentración).

Valor	Valor	Absorbancia	Concentración [ppm]
Au	Inicial	0,395	23,68
	Final	0,270	15,98
Pb	Inicial	0,622	17,05
	Final	0,135	3,26
Cu	Inicial	0,487	5,72
	Final	0,105	1,11

Tabla de resultados para los experimentos de selectividad con membrana 20%polimero-47%PVC-33%NPOE. (No hay factor de dilución para el cálculo de concentración).

<b>Metal</b>	<b>Valor</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración [ppm]</b>
Au	Inicial	0,432	25,89
	Final	0,113	6,32
Pb	Inicial	0,375	10,03
	Final	0,333	8,84
Cu	Inicial	0,402	4,70
	Final	0,264	3,03

**A2.2 Curvas de calibración y resultados para determinación de concentración de Au en los experimentos de tiempo de transporte con membrana 20%polimero-47%PVC-30%NPOE-3%TPB-Na.**



**Curva de calibración 4.** para determinar  $Au^{3+}$  en experimentos de tiempo de transporte con membrana 20%polimero-47%PVC-30%NPOE-3%TPB-Na.

Tabla de resultado de la determinación Au<sup>3+</sup> en experimentos de tiempo de transporte con membrana 20%<sub>polimero</sub>-47%<sub>PVC</sub>-30%<sub>NPOE</sub>-3%<sub>TPB</sub>-Na.

Tiempo (h)	Aceptor		Donador	
	Absorbancia	Concentración [ppm]	Absorbancia	Concentración [ppm]
0	0,000	No detectado	0,568	98,453
8	0,000	No detectado	0,521	90,000
16	0,000	No detectado	0,501	86,403
24	0,000	No detectado	0,499	86,043
32	0,002	No detectado	0,482	82,986
40	0,006	No detectado	0,475	81,727
48	0,010	No detectado	0,472	81,187
56	0,012	No detectado	0,439	75,252
64	0,022	0,252	0,420	71,835
72	0,029	1,511	0,418	71,475

$$[\text{concentración}] = \frac{y - 0,0206}{0,0278} * \frac{10\text{mL}}{2\text{mL}}$$

Ecuación usada para determinar las concentraciones mostradas en la tabla anterior.

Tabla de resultado de la determinación Au<sup>3+</sup> en experimentos de tiempo de transporte con membrana 20%<sub>polimero</sub>-47%<sub>PVC</sub>-33%<sub>NPOE</sub>.

Tiempo (h)	Absorbancia	Concentración [ppm]
0	0,4465	88,94
12	0,403	80,24
24	0,379	75,44
36	0,356	70,84
48	0,311	61,84
60	0,27	53,64
72	0,252	50,04
108	0,167	33,04
	<b>%E</b>	<b>62,85%</b>

$$[\text{concentración}] = \frac{y - 0,0018}{0,025} * \frac{10\text{mL}}{2\text{mL}}$$

Ecuación usada para determinar concentración mostrados en la tabla anterior usando la curva de calibración 1.

### Anexo 3 – Fotografías relacionadas con la extracción de metales con membranas poliméricas.

#### A3.1 Experimento de estabilidad del poli (N-(2-aminociclohexil)-3-hidroxipentanamida) a diferentes valores de pH.



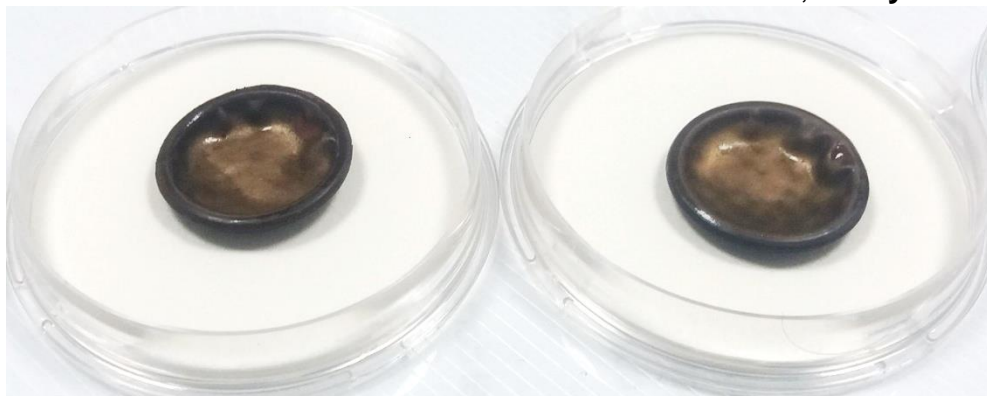
5 minutos después de sumergir el poli (N-(2-aminociclohexil)-3-hidroxipentanamida) en soluciones con valores de pH de 1 hasta 7.



72 horas después de sumergir el poli (N-(2-aminociclohexil)-3-hidroxipentanamida) en soluciones con valores de pH de 1 hasta 7.



### A3.2 Membranas con TPB-Na utilizadas en la extracción $\text{Au}^{3+}$ , $\text{Pb}^{2+}$ y $\text{Cu}^{2+}$ .



Membranas utilizadas para la extracción de Au en los experimentos de selectividad y variación de la concentración con respecto al tiempo (realizado por duplicado).

### Anexo 4 – Fotografías y resultados relacionadas con los experimentos de determinación de espesor, composición y ciclabilidad de la membrana.

#### Anexo A4.1 Resultados de la extracción de Au variando el espesor de la membrana

Tabla de resultados de concentración para los experimentos de evaluación espesor de membrana en la extracción de  $\text{Au}^{3+}$ . Se utilizó la curva 1 con un factor de dilución 5/2.

<b>Espesor</b>	<b>Valor</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración [ppm]</b>
[0,05mm]	Inicial	0,247	24,5
	Final	0,087	8,6
[0,1mm]	Inicial	0,263	26,1
	Final	0,043	4,2
[0,2mm]	Inicial	0,247	24,5
	Final	0,045	4,3

## Anexo A4.2 Resultados de la extracción de Au variando la composición de la membrana.

Tabla de resultados de concentración de oro en experimentos donde se varió la composición de la membrana para la extracción de Au<sup>3+</sup>. Se utilizó la ecuación de recta de la curva de calibración 1, con un factor de dilución 5/2.

Composición	Valor	Absorbancia	Concentración
12% <sub>opolimero</sub> -50% <sub>PVC</sub> -38% <sub>NPOE</sub>	Inicial	0,283	28,12
	Final	0,152	15,02
20% <sub>opolimero</sub> -47% <sub>PVC</sub> -33% <sub>NPOE</sub>	Inicial	0,283	28,12
	Final	0,145	14,32
30% <sub>opolimero</sub> -40% <sub>PVC</sub> -30% <sub>NPOE</sub>	Inicial	0,273	27,12
	Final	0,142	14,02
40% <sub>opolimero</sub> -30% <sub>PVC</sub> -30% <sub>NPOE</sub>	Inicial	0,283	28,12
	Final	0,135	13,32
40% <sub>opolimero</sub> -60% <sub>PVC</sub> -0% <sub>NPOE</sub>	Inicial	0,283	28,12
	Final	0,212	21,02



40%<sub>opolimero</sub>-60%<sub>PVC</sub>-0%<sub>NPOE</sub>



40%<sub>opolimero</sub>-30%<sub>PVC</sub>-30%<sub>NPOE</sub>



30%<sub>opolimero</sub>-40%<sub>PVC</sub>  
30%<sub>NPOE</sub>



20%<sub>opolimero</sub>-47%<sub>PVC</sub>-  
33%<sub>NPOE</sub>



12%<sub>opolimero</sub>-50%<sub>PVC</sub>-  
38%<sub>NPOE</sub>

Fotografías de las membranas con diferente composición después de la extracción de Au<sup>3+</sup>.

**Anexo A4.3 Resultados de la extracción de Au durante varios ciclos usando una membrana de composición 30%<sub>o</sub>polimero-40%<sub>o</sub>PVC-30%<sub>o</sub>NPOE.**

Tabla de resultados de concentración de oro en experimentos donde se sometió una membrana a varios ciclos para la extracción de Au<sup>3+</sup>. Se utilizó la ecuación de recta de la curva de calibración 1, con un factor de dilución 5/2.

<b>Ciclo</b>	<b>Valor</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración [ppm]</b>	<b>%E</b>
1	Inicial	0,273	27,12	49,2%
	final	0,139	13,77	
2	Inicial	0,189	18,72	51,3%
	final	0,093	9,12	
3	Inicial	0,131	12,92	48,5%
	final	0,068	6,66	
4	Inicial	0,225	22,32	34,1%
	final	0,149	14,72	
5	Inicial	0,243	24,12	24,9%
	final	0,183	18,12	
6	Inicial	0,253	25,12	25,1%
	final	0,190	18,82	

**Anexo 5 –Resultados de los experimentos de procesos de sorción**

Tabla de resultados de concentración de oro con respecto al tiempo de Au<sup>3+</sup> para los experimentos de adsorción. Se utilizó la ecuación de recta de la curva de calibración 1.

<b>20ppm</b>				
<b>Tiempo</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración [ppm]</b>	<b>q<sub>t</sub></b>	<b>q<sub>e</sub></b>
0	0,203	20,12	0	29,52
0,083	0,047	5,424	23,51	<b>C<sub>e</sub></b>
0,27	0,044	4,22	25,44	1,67
0,5	0,049	4,72	24,64	<b>R<sub>e</sub></b>
1	0,056	5,42	23,52	91,7%
3,42	0,032	3,02	27,36	
7,64	0,026	2,42	28,32	
24,97	0,011	0,92	30,72	
<b>36ppm</b>				
<b>Tiempo</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración [ppm]</b>	<b>q<sub>t</sub></b>	<b>q<sub>e</sub></b>
0	0,180	35,64	0	45,28
0,083	0,139	27,44	13,12	<b>C<sub>e</sub></b>

0,27	0,133	26,24	15,04	7,34
0,5	0,132	26,04	15,36	<b>R<sub>e</sub></b>
1,0	0,094	18,44	27,52	79,4%
3,42	0,053	10,24	40,64	
7,64	0,039	7,44	45,12	
24,97	0,038	7,24	45,44	
<b>50ppm</b>				
<b>Tiempo</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración [ppm]</b>	<b>q<sub>t</sub></b>	<b>q<sub>e</sub></b>
0	0,25	49,64	0	61,76
0,083	0,143	28,24	34,24	<b>C<sub>e</sub></b>
0,27	0,122	24,04	40,96	11,04
0,5	0,109	21,44	45,12	<b>R<sub>e</sub></b>
1	0,094	18,44	49,92	77,8%
3,42	0,064	12,44	59,52	
7,64	0,059	11,44	61,12	
24,97	0,055	10,64	62,4	
<b>100ppm</b>				
<b>Tiempo</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración [ppm]</b>	<b>q<sub>t</sub></b>	<b>q<sub>e</sub></b>
0	0,487	97,04	0	111,04
0,083	0,300	59,64	59,84	<b>C<sub>e</sub></b>
0,27	0,328	65,24	50,88	27,64
0,5	0,317	63,04	54,40	<b>R<sub>e</sub></b>
1	0,299	59,44	60,16	71,5%
3,42	0,271	53,84	69,12	
7,64	0,178	35,24	98,88	
24,97	0,102	20,04	123,2	

Tabla de resultados de concentración de oro en experimentos de variación de la masa del adsorbente. Se utilizó la ecuación de recta de la curva de calibración 1.

<b>Adsorbente (g)</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración [ppm]</b>	<b>q<sub>e</sub></b>	<b>R<sub>e</sub></b>
	0,283	56,24		
4,1	0,069	13,44	417,56	76,1%
8	0,037	7,04	246,00	87,5%
15	0,035	6,64	132,27	88,2%
25	0,035	6,64	79,36	88,2%
40,9	0,031	5,84	49,29	89,6%