

VI. MATERIALES Y MÉTODOS

6.1 Equipos

1. Balanza Analítica
2. Espectrofotómetro de AA. Modelo Spectra 220FS
3. Sistema de Digestión Ácida
4. Espectrofotómetro DR-2400
5. Colorímetro DR-890
6. Herramientas (pinzas, tenazas, lija, etc.)
7. Potenciómetro

6.2 Seguridad

Para prevenir cualquier tipo de accidente y debido a que los metales con los que estamos trabajando son bastante tóxicos, se necesitan implementar algunos equipos de seguridad. Los guantes son muy importantes para prevenir el contacto con los metales directo. También es necesario utilizar mascarilla para evitar que los metales puedan ser ingeridos o inhalados. De este mismo modo, es necesario utilizar lentes en todo momento ya que pequeñas partículas pueden brincar e introducirse en los ojos e incluso porque estos metales pueden ser irritantes por la simple convivencia con ellos. El último equipo de seguridad sugerido, es un equipo contra incendio ya que no sabemos en que momento puede existir inflamabilidad.

6.3 Metodología

6.3.1 Centro de Acopio¹

Para hacer la recolección de baterías se instaló un centro de acopio en diferentes lugares de la Universidad de las Américas. Se colocaron cajas con su respectivo señalamiento en MARI, en Dormitorios Cain - Murray,

¹ Anexo 9.1

Dormitorios Ray – Lindley, Departamento de Ingeniería Química, Procesos, y Ambiental, y Laboratorio de Electrónica.

6.3.2 Clasificación y Despiezado

Las baterías que eran de nuestro interés (Ni-Cd) fueron seleccionadas como candidatas para el procedimiento. Estas baterías se clasificaron y caracterizaron de acuerdo a tamaño, contenido de pilas, peso, etc. Estas baterías se abrieron utilizando herramientas tales como pinzas, tenazas, y cuchillos pequeños. Las pilas encontradas dentro de las baterías, se abrieron de igual manera para poder identificar la placa de níquel, la placa de cadmio, y el separador. Los metales fueron desmontados de sus placas que los soportaban con la ayuda de una lija, se pesaron, y se convirtieron en nuestra muestra para analizar. El procedimiento de despiezado se explica detalladamente en el Anexo 9.2.

6.3.3 Método Hidrometalúrgico de Extracción

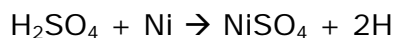
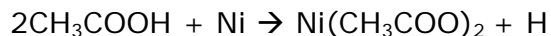
Se pueden utilizar diferentes solventes para este procedimiento, en este caso se usaron los ácidos sulfúrico y acético para la extracción de los metales níquel y cadmio. Estos ácidos se utilizan para disolver varios metales y varios componentes. Las extracciones se realizaron colocando una cantidad específica de metal retirado de las placas de la pila en un matraz. A este metal se le agregó un volumen específico de ácido y se realizó la extracción a diferentes condiciones con los dos diferentes ácidos. A continuación se muestra una matriz de experimentación:

| | Acido | Temp. Ambiente | 40°C | 60°C |
|--------|--------------------------------|----------------|------|------|
| Níquel | H ₂ SO ₄ | ☀ | ☀ | ☀ |
| | CH ₃ COOH | ☀ | ☀ | ☀ |
| Cadmio | H ₂ SO ₄ | ☀ | ☀ | ☀ |
| | CH ₃ COOH | ☀ | ☀ | ☀ |

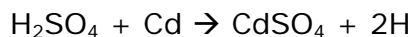
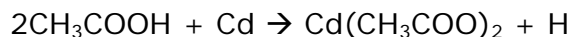
Tabla 6.1. Matriz de experimentación para el níquel y cadmio.

Las reacciones que se llevaron a cabo son las siguientes:

Para el níquel:



Para el cadmio:



En total se realizaron 12 experimentos para encontrar las condiciones óptimas de extracción para cada metal. Para todos los experimentos se tomaron muestras en intervalos de tiempo para observar el comportamiento de las reacciones. Las pruebas a 40°C y a 60°C se realizaron en intervalos de tiempo más cortos y por 30 minutos ya que la reacción se lleva a cabo muy rápido y a temperatura ambiente fue necesario prolongar el tiempo a 4 hrs.

Para las extracciones a temperaturas más altas que la temperatura ambiente, se montó un dispositivo que estaba compuesto por un recipiente con agua. El agua se calentó con una resistencia a la cual se le podía controlar la temperatura y por lo tanto controlar que el matraz estuviera rodeado por líquido a la misma temperatura requerida. Los matraces con las muestras fueron introducidos a este líquido y se tomaron muestras a los diferentes intervalos de tiempo.

6.3.4 Determinación de los Metales

La determinación de los metales se efectuó principalmente de dos maneras: para el cadmio la determinación se realizó por Espectrofotometría de Absorción Atómica (Anexo 9.3) en un Spectra 220FS y para el níquel la determinación se efectuó por el Método PAN (Anexo 9.4) en un Espectrofotómetro DR-2400.

6.3.5 Determinación Cruzada

Para poder comprobar que las pruebas que se realizaron fueron hechas correctamente a la placa de níquel y a la placa de cadmio, y justificar el trato que se le dio a cada una, se realizaron pruebas cruzadas, es decir, se determinaron Cd a las muestras que contenían en su mayor parte Ni, y Ni a las muestras que contenían en su mayor parte Cd. Sorpresivamente se encontró que las placas contenían una pequeña cantidad de interferencia por parte del metal opuesto. Posteriormente se le hicieron las mismas pruebas a una batería que estaba sin uso para poder analizar el porque de la interferencia. La batería mostró muy poca interferencia a comparación de las baterías a las cuales ya se les había dado un uso. Podemos atribuir esta interferencia a que existe una migración de metal de placa a placa a medida que se le va dando uso a la batería.

6.3.6 Precipitación por cambio de pH

Como técnica de purificación se realizaron pruebas para observar la precipitación de cadmio cambiando el pH de las soluciones. A medida que se aumenta el pH de las soluciones, el cadmio precipita en forma de Cd-OH. Se comenzó con una muestra de 10 ml de metal en ácido a pH 2.5. Se hicieron las pruebas con dos soluciones básicas, con NaOH, 2N y Ca(OH)₂, 2N. Dichas soluciones se fueron agregando a las muestras de metal extraído de las baterías en los matraces poco a poco y se tomaron muestras a los diferentes pH. Los diferentes pH, de pH = 8 a pH = 11 con incrementos de 0.5 unidades de pH, se midieron con un potenciómetro. La determinación de las concentraciones se hizo por el método de Absorción Atómica (Anexo 9.3).

6.3.7 Purificación por Evaporación / Calcinación

Todos los procedimientos que se siguieron para la purificación fueron especialmente hechos al cadmio extraído con ácido acético. Esto se debió a que de los resultados obtenidos en las determinaciones, pudimos observar que la mejor extracción para el cadmio fue con el ácido acético.

En este proyecto se implementó la técnica de evaporación y calcinación para evaluar la cantidad de sólidos que se pueden obtener de una muestra de extracción. Después de la evaporación, se irá más allá, y se alcanzara una calcinación. Se colocaron 2 ml de muestra en solución de ácido acético después de la extracción en un crisol previamente llevado a peso constante. En una estufa a 80°C, se llevó a cabo la evaporación; este procedimiento duró aproximadamente 7 horas. Cuando todo el líquido se había evaporado, se paso el crisol a una mufla a 550°C. La calcinación duró aproximadamente 45 minutos. Fotos mostrando el procedimiento se encuentran en el Anexo 9.5.

6.3.8 Intercambio Iónico

Para este método de purificación de los metales, la solución que contiene el metal se hace pasar a través de una resina catiónica que atrapa los iones. Este experimento es útil para determinar la capacidad de la resina que se utiliza, datos que son aplicables para desarrollar posteriormente un proceso de recuperación y purificación del metal. Se utilizó una resina Amberlite con las siguientes especificaciones:

- capacidad de 60g CaCO₃ /l
- densidad de 817 g/l
- solución para regenerar : NaCl 500 ppm

Con estos datos se calculó la cantidad de resina necesaria para poder retener el metal. Esta prueba nada más se le hizo al cadmio extraído con ácido acético, ya que por resultados obtenidos anteriormente, fue el que nos presentó una mejor extracción. En una probeta de 10 ml se agregaron 5 ml de solución de extracción de Cd acético. A esta solución se le fueron agregando 0.452 g de resina para cada muestra, y se esperó un tiempo aproximado de 2 horas para lograr una máxima retención. Se tomaron 5 muestras de la solución y se determinaron las concentraciones de Cd en cada muestra para observar el comportamiento de la resina.