

VII. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

7.1 Acopio de Baterías

Como primer paso en la realización de ésta tesis, se inició con el acopio de baterías de todo tipo. La recolección de baterías se hizo en los diferentes lugares de la Universidad de las Américas – Puebla y en centros de reparación de celulares en la ciudad de Puebla. Se obtuvieron los siguientes tipos de baterías y cantidades:

Batería	Cantidad
Alcalinas	214
Recargables	64
Total	278

The diagram shows two arrows originating from the right side of the 'Recargables' row in the table. The first arrow points to the number '11' followed by a purple box containing 'Ni-Mh'. The second arrow points to the number '53' followed by a purple box containing 'Ni-Cd'.

Tabla 7.1 Baterías recolectadas en centro de acopio.

El total de las baterías recolectas fue de 278 baterías, de estas 214 fueron baterías alcalinas, y 64 recargables. Las de interés en este proyecto fueron las recargables, específicamente las de níquel – cadmio (Ni-Cd), de las cuales se recolectaron 53 baterías. La mayoría de estas baterías secundarias provinieron de los centros de reparación de celulares ya que estos dispositivos utilizan este tipo de baterías recargables.

7. 2 Caracterización

Como resultado de las baterías recolectadas, se analizaron los componentes de las baterías de níquel - cadmio específicamente. Las pilas están compuestas por partes de plástico, partes metálicas (como la cubierta), y papel (como el separador). Cabe explicar que una batería es aquella que contiene muchas pilas en su interior; cada batería puede estar compuesta de 3 o 6 pilas en su interior. Se obtuvieron los siguientes resultados:

Por pila ¹				
Plástico, g	Metal, g	Papel, g	Muestra total	
			Ni, g	Cd, g
0.748	5.369	1.234	5.467	5.156

Tabla 7.2 Cantidad en peso de materiales por pila.

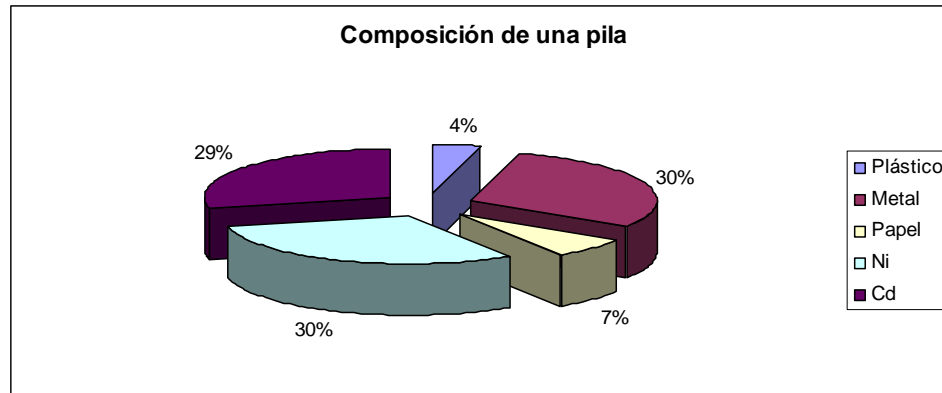


Figura 7.1. Composición de una pila.

Se puede observar que una pila está compuesta en su mayoría por la placa de níquel (30%) y por la placa de cadmio (29%) en cantidades casi iguales. El plástico y el papel están en muy pequeñas cantidades, 4% y 7% respectivamente, ya que sólo se utilizan para cubrir la pila y para separar las placas de níquel y cadmio. El metal es un componente importante ya que se utiliza en grandes cantidades para proteger la pila y cubrir las placas, éste forma el 30% de una pila.

Por interior ²		
Ni, g	Cd, g	Separador, g
5.467	5.156	1.012

Tabla 7.3 Cantidad en peso de materiales por interior.

¹ Pila: pieza compuesta por dos placas de cátodo y ánodo y un separador, cubiertos por funda metálica y plástico.

² Interior: parte interna de la pila compuesta por las placas de cátodo y ánodo y un separador

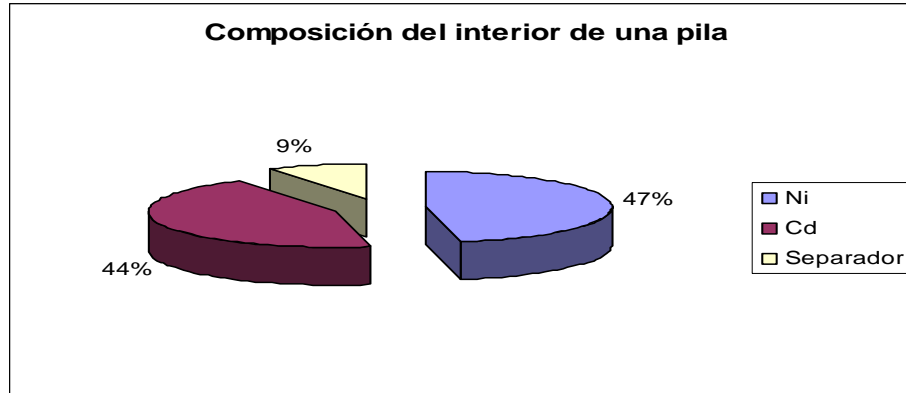


Figura 7.2. Composición del interior de una pila.

Tomando en cuenta únicamente el interior de una pila, se observa que la placa del níquel abarca el 47% del peso del interior, 44% es contribuido por el cadmio, y 9% es el peso del papel separador.

Por batería									
Batería	Caja	Pilas	Interior	Plástico	Metal	Papel	Ni	Cd	Separador
172.018	29.809	142.208	108.447	4.490	32.213	7.405	32.800	30.937	6.070

Tabla 7.4 Cantidad en peso de materiales por batería.

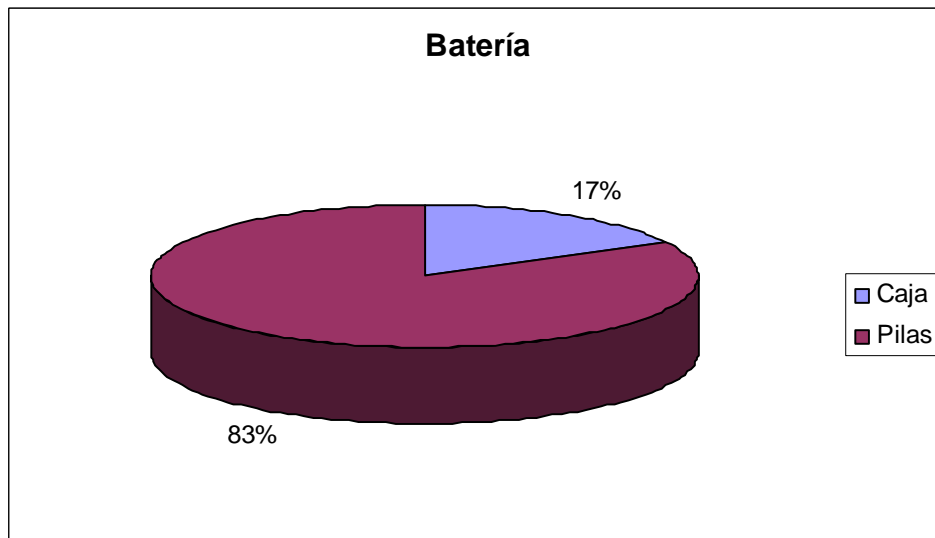


Figura 7.3. Batería compuesta por la caja plástica y adentro por pilas.

Por batería se puede notar que la caja de plástico que cubre todas las pilas, la que se utiliza en los celulares, es nada más 17% de toda la batería. Las baterías pueden contener de 3 a 6 pilas en su interior, y en éste caso se tomaron en cuenta que la mayoría de baterías de celulares, contienen 6 pilas. Las pilas forman el 83% de una batería.

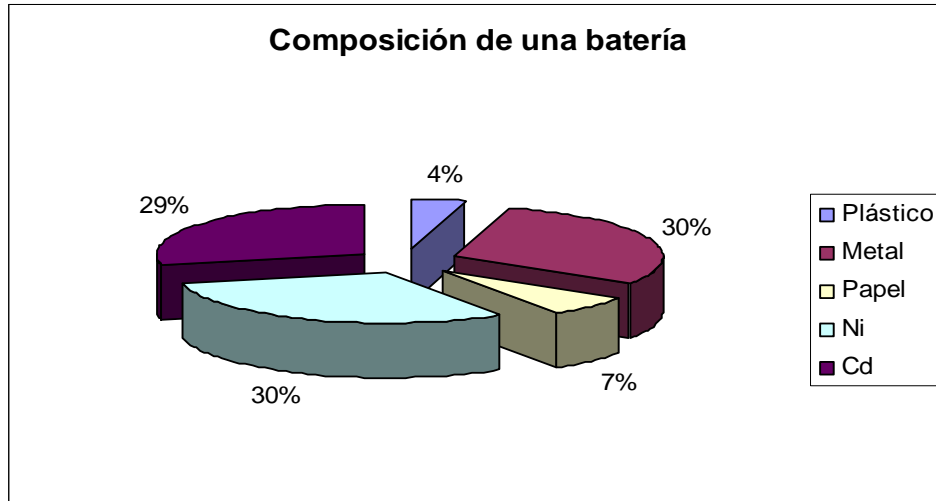


Figura 7.4. Composición de toda la batería incluyendo las pilas.

Una batería, que consta de 6 pilas en su interior, contiene aproximadamente 30% de metal, 30% de níquel, 29% de cadmio, 7% de papel, y 4% de plástico.

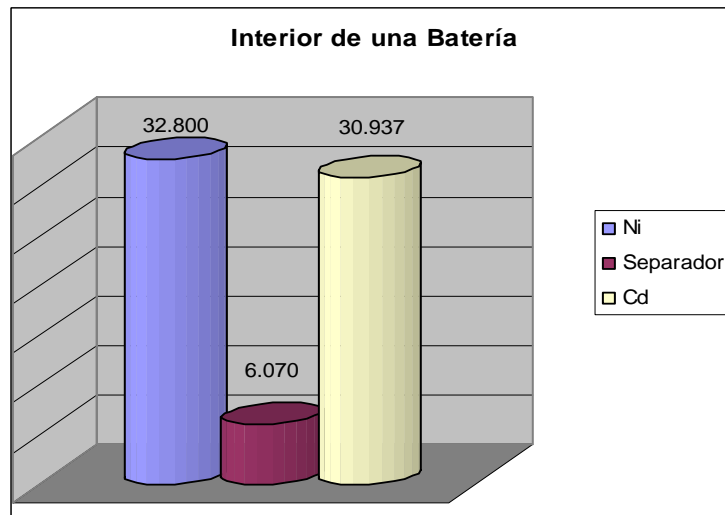


Figura 7.5. Peso de placas de cadmio, placas de níquel y los separadores adentro de una batería.

Nuevamente, para una batería que consta de 6 pilas en promedio, se observa que las placas de níquel y de cadmio forman aproximadamente el 37.053% y el separador de papel el 3.528% de una batería.

7.3 Gráficas de Extracciones

Las extracciones de los metales se realizaron con dos ácidos: ácido acético y ácido sulfúrico. A condiciones estándar que se consideró como temperatura ambiente, se tomaron 5 muestras con intervalos de tiempo para observar el comportamiento de la extracción. A 40°C y a 60°C se tomaron menos muestras (4 muestras) y con intervalos de tiempo más cortos ya que las reacciones ocurren muy rápido. La realización de las pruebas se muestra en la siguiente matriz de experimentos:

	Std		40°C	60°C
Muestras	Tiempo	Muestras	Tiempo	Tiempo
1	15	1	5	5
2	30	2	10	10
3	45	3	15	15
4	120	4	30	30
5	240			

Tabla 7.5. Matriz de experimentos para la extracción de metales.

A continuación se presenta el dispositivo utilizado para hacer las extracciones a 40°C y a 60°C:



Figura 7.6. Dispositivo para control de temperaturas.

7.3.1 Cd

	Tiempo (min)	Concentración en lixiviado (mg/ml)
Ac. Acético Std	15	9.917
	30	10.585
	45	11.246
	120	9.943
	240	8.951
Ac. Acético 40°C	5	29.190
	10	31.905
	15	29.180
	30	28.580
Ac. Acético 60°C	5	28.548
	10	33.707
	15	36.788
	30	31.735

Tabla 7.6. Resultados obtenidos en la reacción de Cd con ácido acético.

En la Tabla 7.6 se pueden observar las concentraciones que se obtuvieron para la extracción de cadmio con ácido acético. Se percibe que las mayores cantidades se obtuvieron cuando la solución se somete a un aumento de temperatura. A 40°C y 60°C se observan concentraciones en un rango de 25-40 mg/ml. Se puede ver que en todos los casos, hay un pico máximo de extracción y luego las concentraciones empiezan a disminuir. La mayor extracción se observa a 60°C y fue de 36.79 mg/ml. En contraste, la peor extracción se observó a condiciones estándar y fue de 11.25 mg/ml.

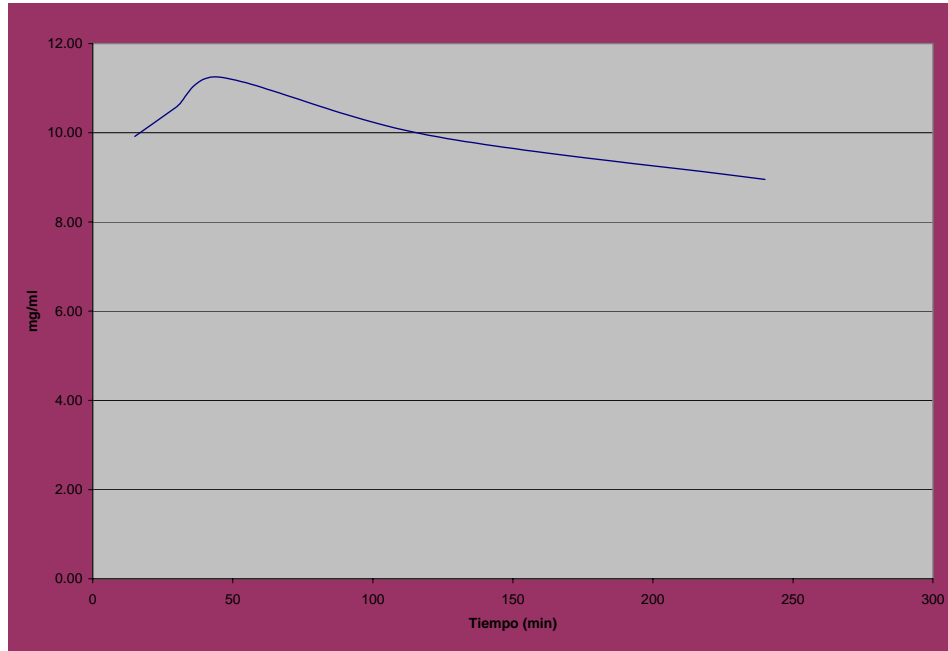


Figura 7. 7. Extracción de cadmio con ácido acético a condiciones estándar.

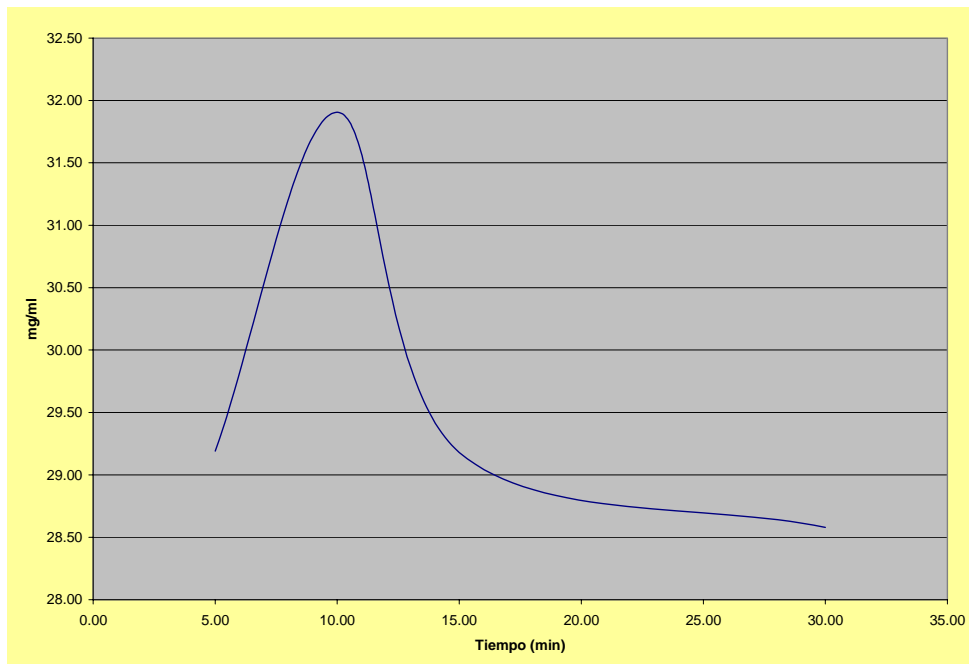


Figura 7.8. Extracción de cadmio con ácido acético a 40°C.

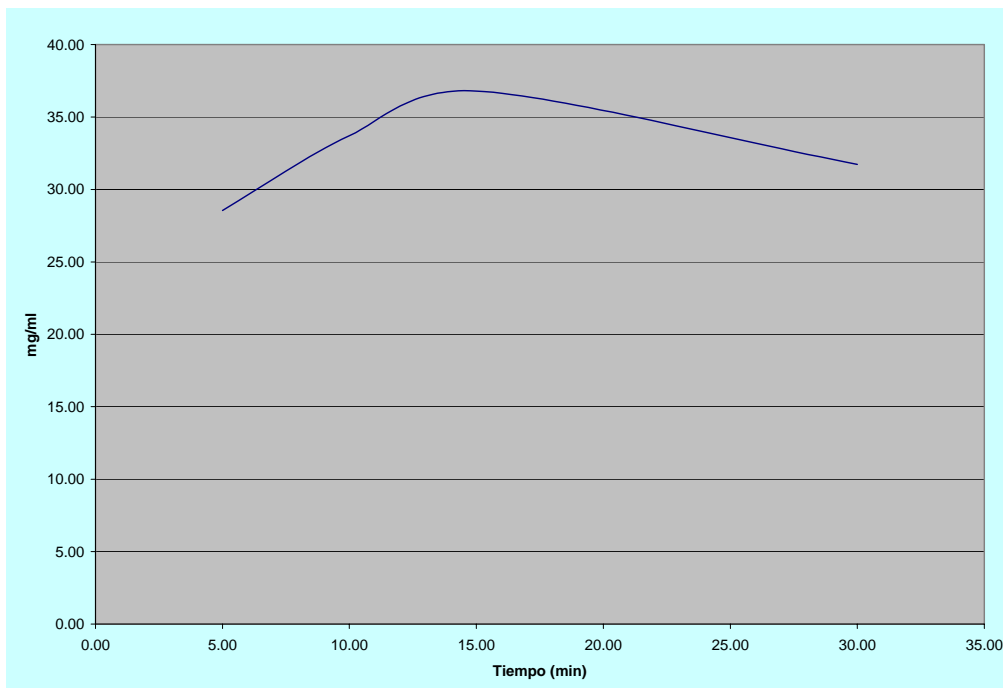


Figura 7.9. Extracción de cadmio con ácido acético a 60°C.

Las pruebas de extracción se realizaron a tres condiciones: temperatura ambiente, 40°C y a 60°C. A condiciones estándar, la extracción de cadmio con ácido acético se logró en su máximo a los 45 minutos, con una extracción de 11.25 mg/ml, a 40°C, la máxima extracción se logró a los 10 minutos, y fue de 31.90 mg/ml, y a 60°C la máxima extracción se llevó a cabo a los 15 minutos y fue de 36.79 mg/ml. Se observa una disminución de concentración después de cierto tiempo y esto se debe a la cristalización de la solución.

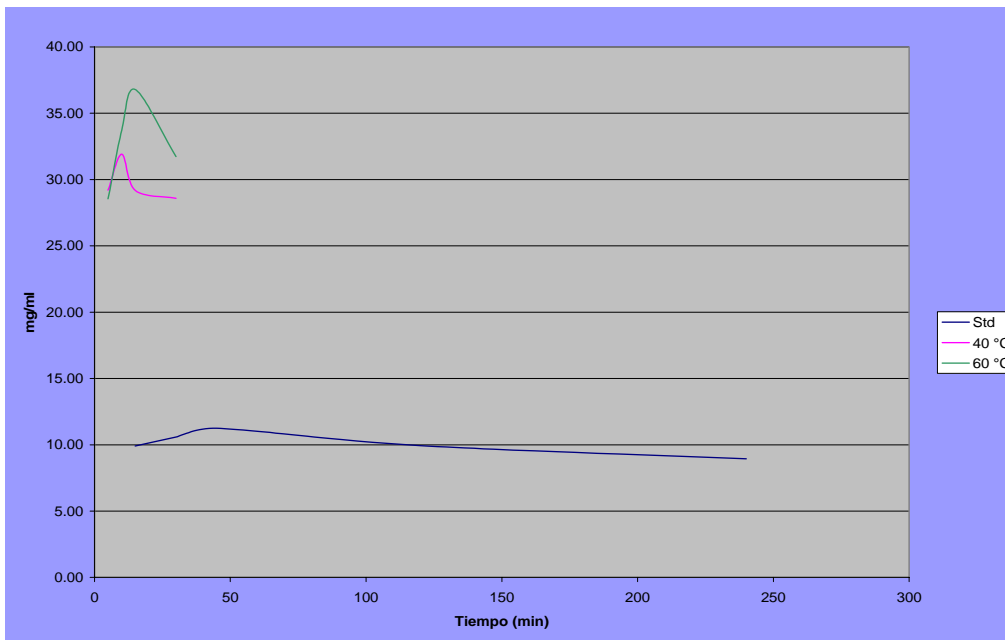


Figura 7.10. Comparación de extracción de Cd en ácido acético a condiciones estándar, a 40°C y a 60°C.

Comparando las tres extracciones, se puede notar que la mejor extracción (36.79 mg/ml) se lleva a cabo a 60°C para el cadmio en ácido acético con un tiempo bastante corto de 15 minutos.

La extracción de cadmio también se realizó con ácido sulfúrico y se obtuvieron los siguientes resultados:

	Tiempo (min)	Concentración en lixiviado (mg/ml)
H2SO4 Std	15	1.068
	30	1.736
	45	1.759
	120	1.573
	240	1.283
H2SO4 40C	5	5.086
	10	4.499
	15	4.883
	30	3.518
H2SO4 60°C	5	1.037
	10	1.424
	15	8.074
	30	2.199

Tabla 7.7. Resultados obtenidos en la reacción de Cd con ácido sulfúrico.

La extracción con ácido sulfúrico también se realizó a tres condiciones: a condiciones estándar, a 40°C y a 60°C. Los valores en este caso fueron más bajos que con el ácido acético, ya que el rango de extracción fue de 1-8 mg/ml. Nuevamente la máxima extracción se observó a lo 15 minutos de la reacción a 60°C y fue de 8.07 mg/ml. La extracción más baja se observó a condiciones estándar y fue de 1.76 mg/ml.

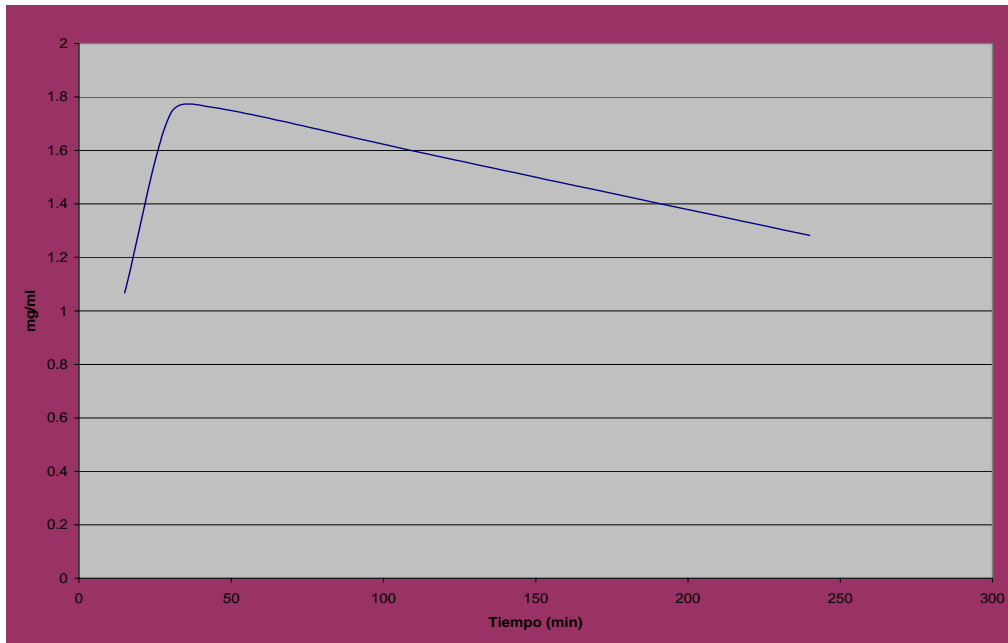


Figura 7.11. Extracción de cadmio con ácido sulfúrico a condiciones estándar.

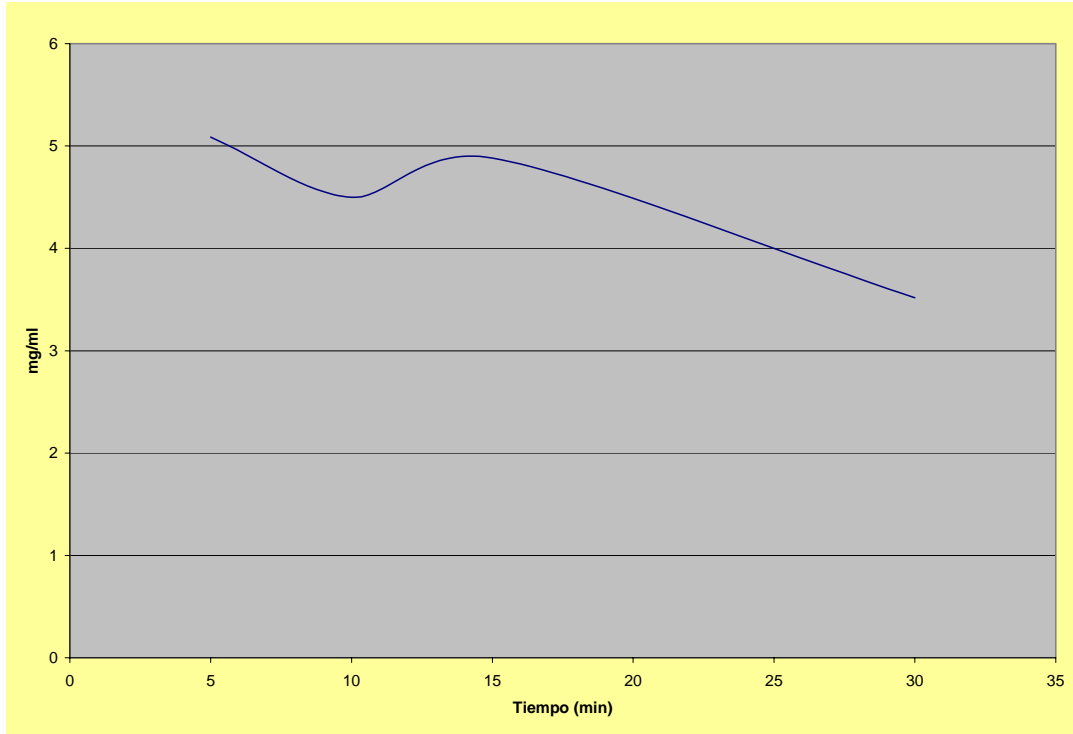


Figura 7.12. Extracción de cadmio con ácido sulfúrico a 40°C.

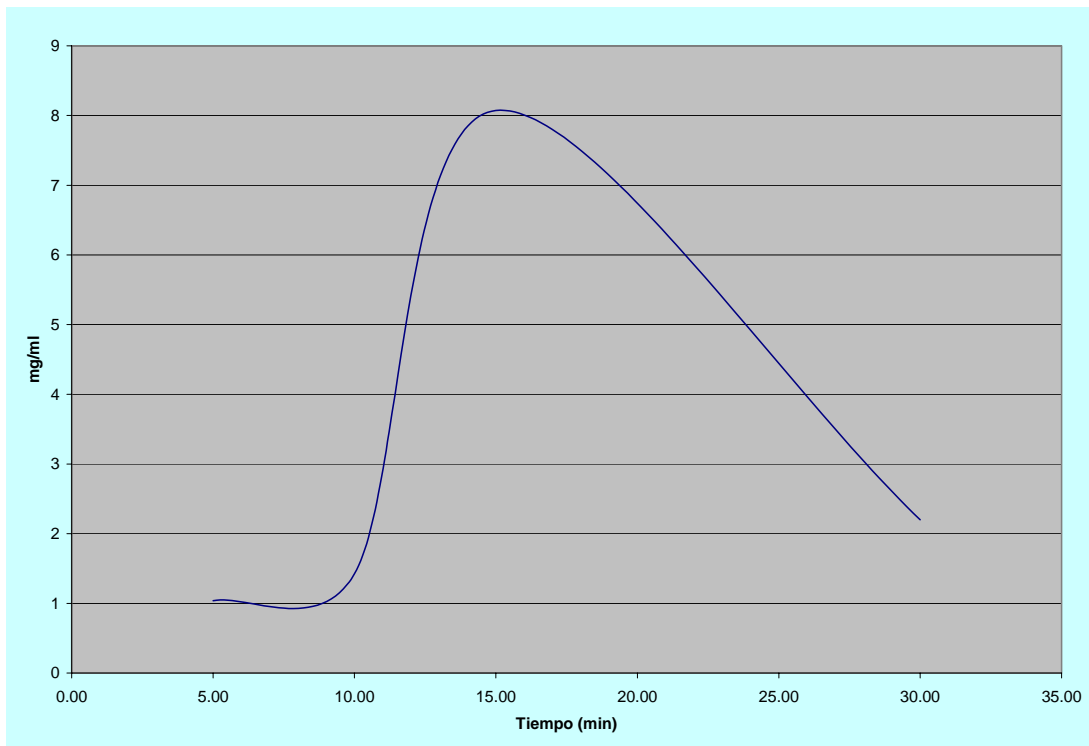


Figura 7.13. Extracción de cadmio con ácido sulfúrico a 60°C.

Para la extracción de cadmio en ácido sulfúrico se puede percibir que el comportamiento es muy parecido al ácido acético, pero con menores concentraciones de extracción. A condiciones estándar se observó una máxima extracción a los 45 minutos y fue de 1.46 mg/ml. A 40°C la máxima extracción fue a los 5 minutos, y fue de 5.09 mg/ml. En la Fig. 7.12 se indica que hay una disminución en concentración debido a cristalización y luego un ligero aumento en la curva debido a que se agregó una cantidad conocida de ácido a la muestra adicional para que el Cd continuara en solución y poder cuantificarlo; así la reacción se sigue dando y se presenta un comportamiento casi lineal. A 60°C se observó la máxima extracción a los 15 minutos y fue de 8.07 mg/ml. En todas las gráficas se observa una cristalización después de cierto tiempo y las concentraciones empiezan a bajar.

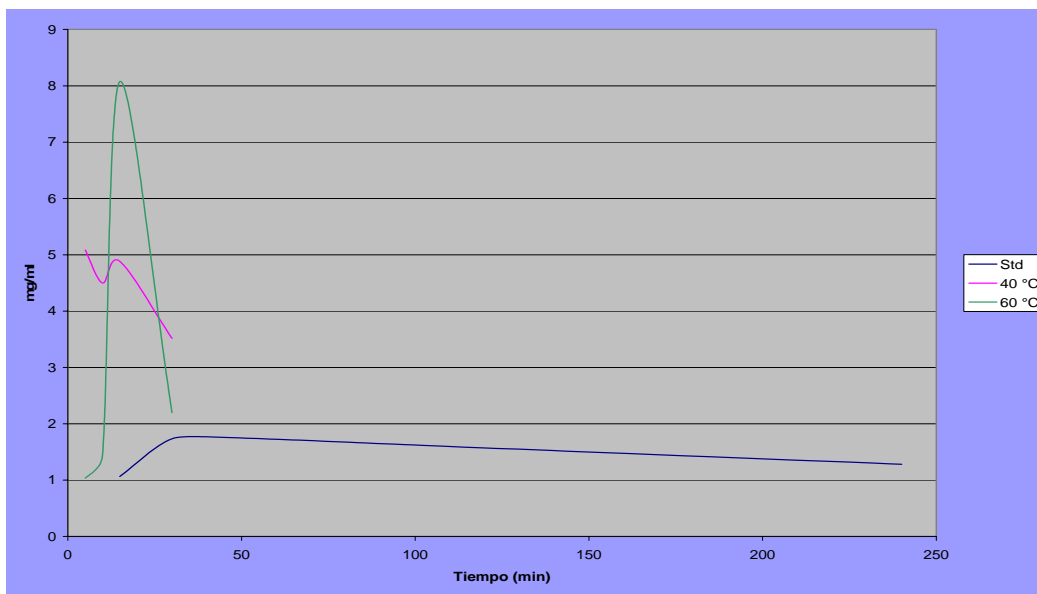


Figura 7.14. Comparación de extracción de Cd en ácido sulfúrico a condiciones estándar, a 40°C y a 60°C.

Al comparar las tres extracciones para el cadmio en ácido sulfúrico, podemos observar que nuevamente se obtuvo la mejor extracción a 60°C y fue de 8.07 mg/ml. Esta concentración es muy baja y por lo tanto se asume

que el ácido sulfúrico no es un muy buen solvente para la extracción de cadmio.

7.3.2 Níquel

	Tiempo (min)	Concentración en lixiviado (mg/ml)
Ac. Acético Std	15	1.000
	30	1.294
	45	1.368
	120	1.190
	240	0.752
Ac. Acético 40°C	5	0.328
	10	2.280
	15	1.978
	30	1.325
Ac. Acético 60°C	5	0.585
	10	2.078
	15	1.355
	30	0.855

Tabla 7.8. Resultados obtenidos de la reacción de níquel con ácido acético

En esta reacción, en la cuál el níquel reacciona con el ácido acético, $\text{Ni}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, se observan valores muy bajos. Esto define que el ácido acético no es un muy buen disolvente para extraer el níquel. A las tres condiciones se observan valores del rango de 0-2 mg/ml, obteniendo la máxima extracción a 40°C, con 10 minutos de reacción; este valor fue de 2.28 mg/ml.

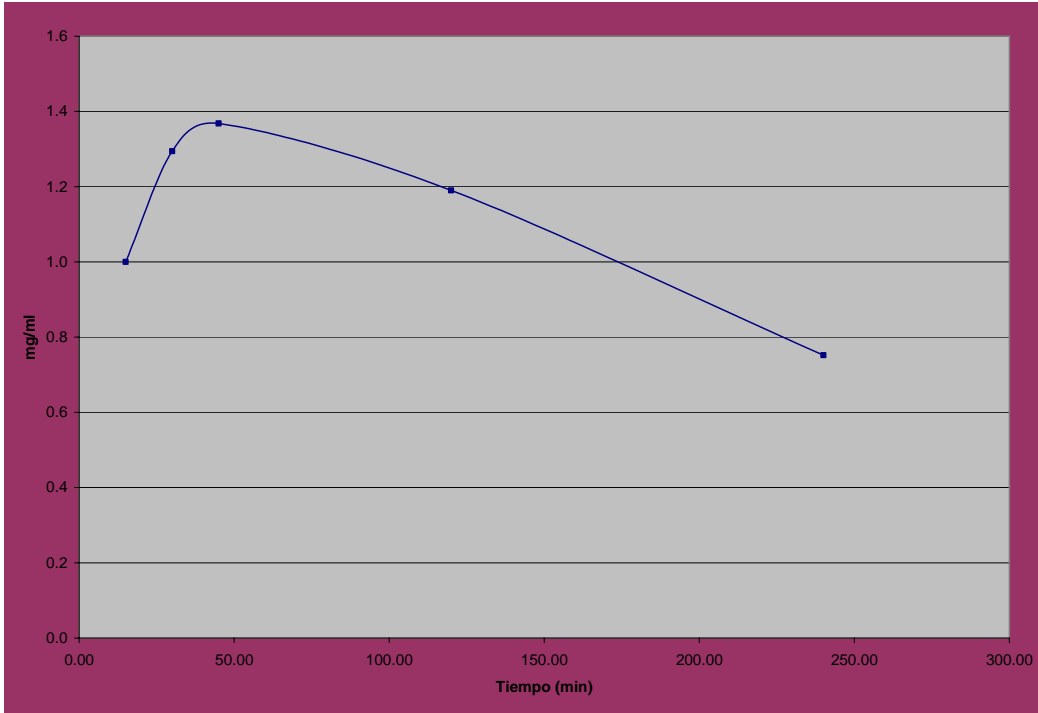


Figura 7.15. Extracción de níquel con ácido acético a condiciones estándar.

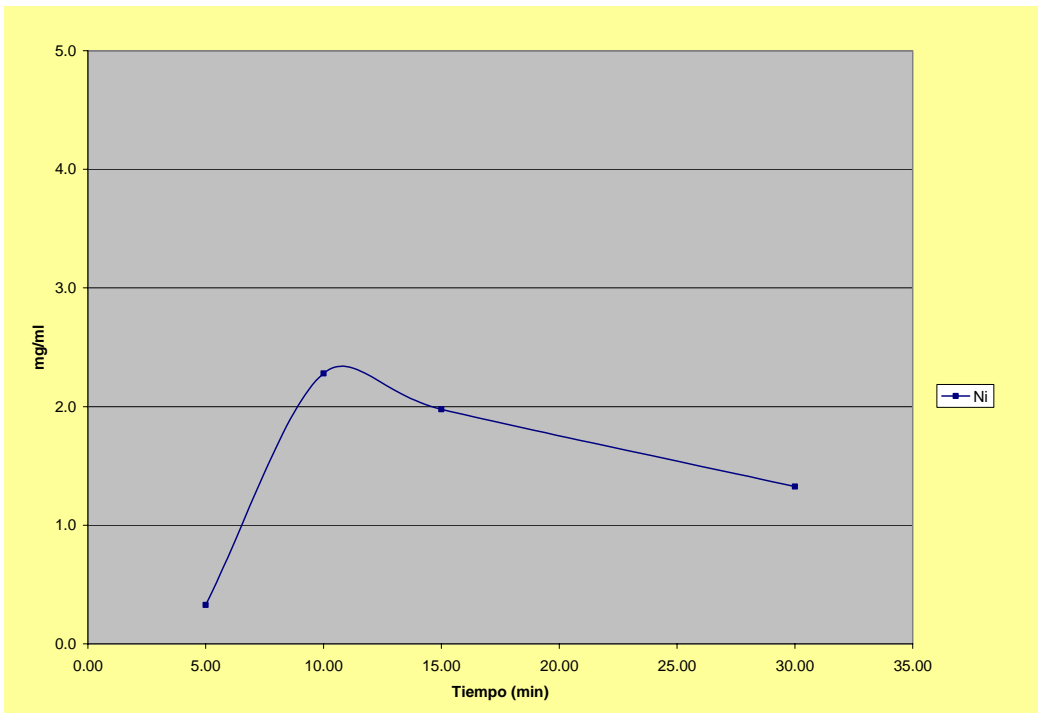


Figura 7.16. Extracción de níquel con ácido acético a 40°C.

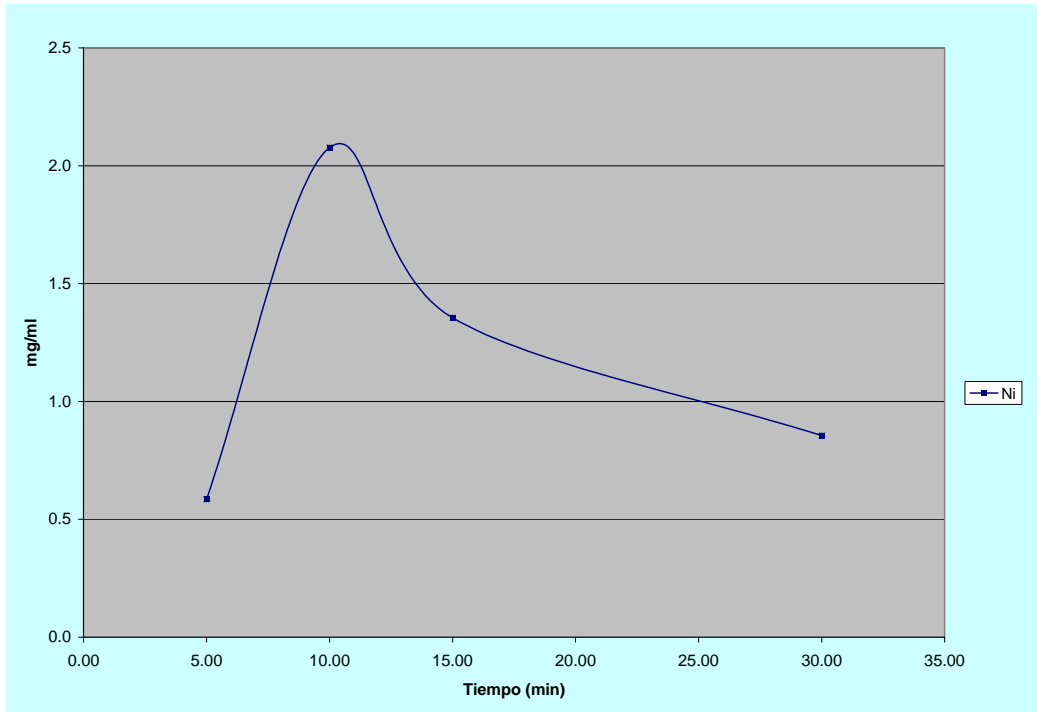


Figura 7.17. Extracción de níquel con ácido acético a 60°C.

Para la extracción de níquel, se llevaron a cabo pruebas a temperatura ambiente, a 40°C y a 60°C. En las Fig. 7.15, 7.16, y 7.17 se puede ver que a condiciones estándar la máxima extracción fue de 1.37 mg/ml a los 45 minutos de reacción, a los 40°C se observó la máxima extracción a los 10 minutos, con una extracción de 2.28 mg/ml y a 60°C la máxima se obtuvo de 2.08 mg/ml a los 10 minutos. En estas extracciones también se observó el fenómeno de la cristalización.

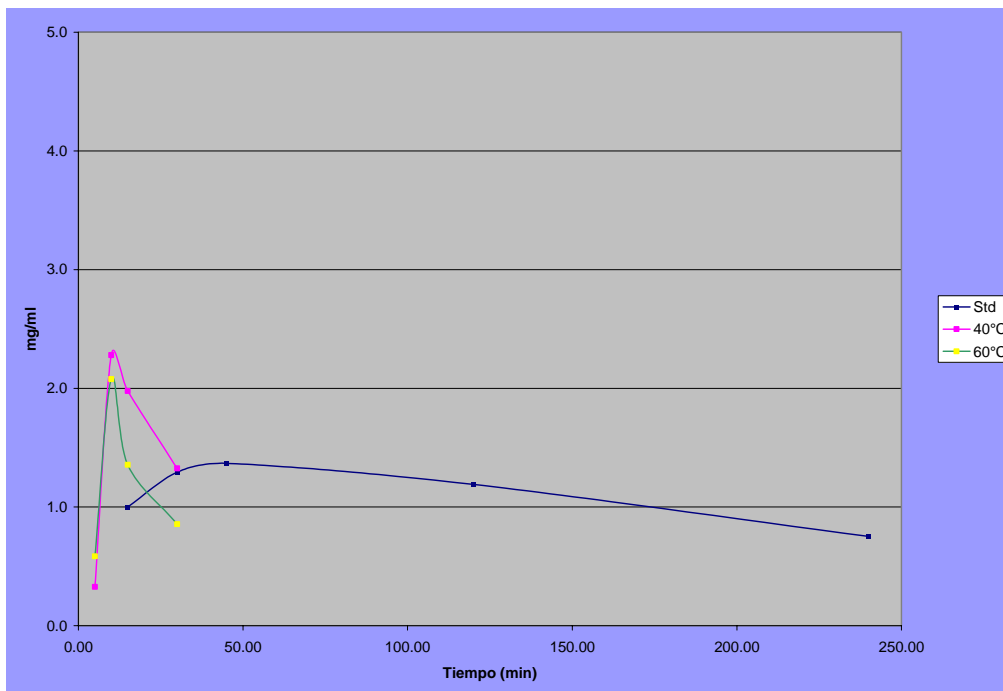


Figura 7.18. Comparación de extracción de Ni en ácido acético a condiciones estándar, a 40°C y a 60°C.

Haciendo la comparación de las tres extracciones, se puede observar que las extracciones estuvieron parecidas a las tres condiciones. Aun así, se nota que la mejor extracción se obtuvo a 40°C y fue de 2.28 mg/ml en muy poco tiempo (10 minutos). Podemos decir que el ácido acético no es muy útil para la extracción de níquel de las baterías.

	Tiempo (min)	Concentración en lixiviado (mg/ml)
H ₂ SO ₄ Std	15	7.350
	30	13.675
	45	5.600
	120	3.125
	240	1.653
H ₂ SO ₄ 40°C	5	5.600
	10	6.525
	15	7.800
	30	4.800
H ₂ SO ₄ 60°C	5	15.525
	10	18.925
	15	22.725
	30	5.250

Tabla 7.9. Resultados obtenidos de la reacción de níquel con ácido sulfúrico.

Para la extracción de níquel con ácido sulfúrico se observan valores un poco más altos. La mejor extracción se logro a 60°C y fue de 22.73 mg/ml. A 40°C no se observaron resultados muy altos por lo que podemos concluir que el ácido sulfúrico funciona o a temperaturas altas o a temperaturas ambiente para extraer el níquel. La concentración más baja que se obtuvo fue a los 15 minutos de la reacción a 40°C, y fue de 7.8 mg/ml. En las Fig. 7.19, 7.20 y 7.21 se pueden percibir las curvas de extracción a las tres condiciones de operación por separado. A las tres condiciones de operación se observa que existe un punto donde la concentración llega a su máximo. También se observa que en los tres casos las concentraciones empiezan a disminuir en cierto punto y esto se debe a que existe una cristalización.

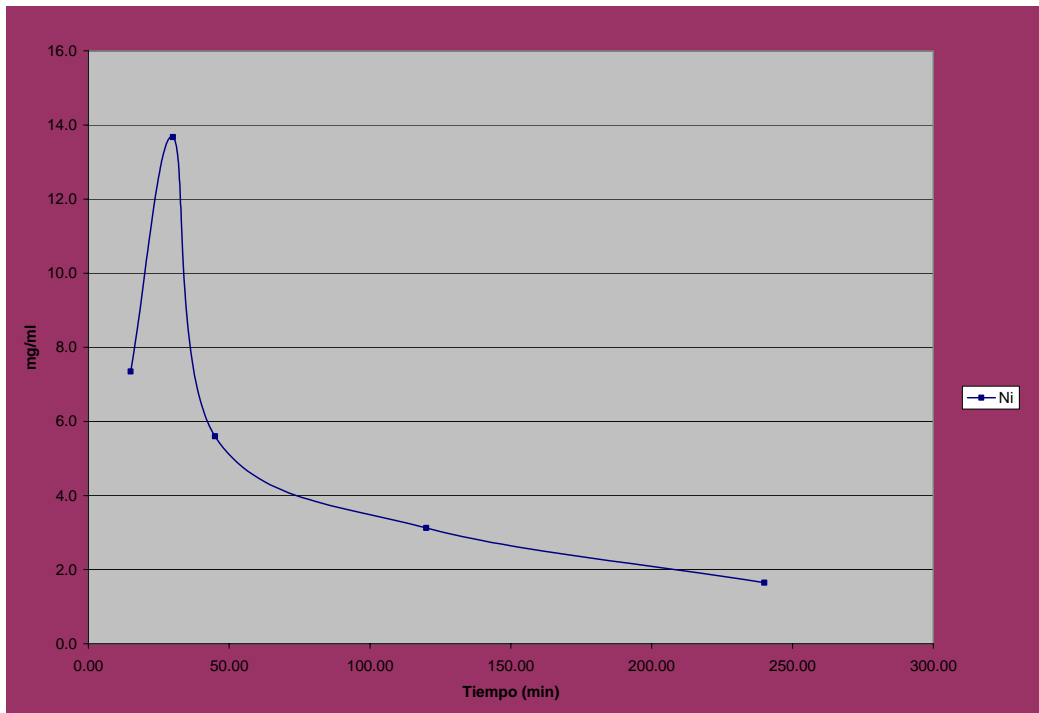


Figura 7.19. Extracción de níquel con ácido sulfúrico a condiciones estándar.

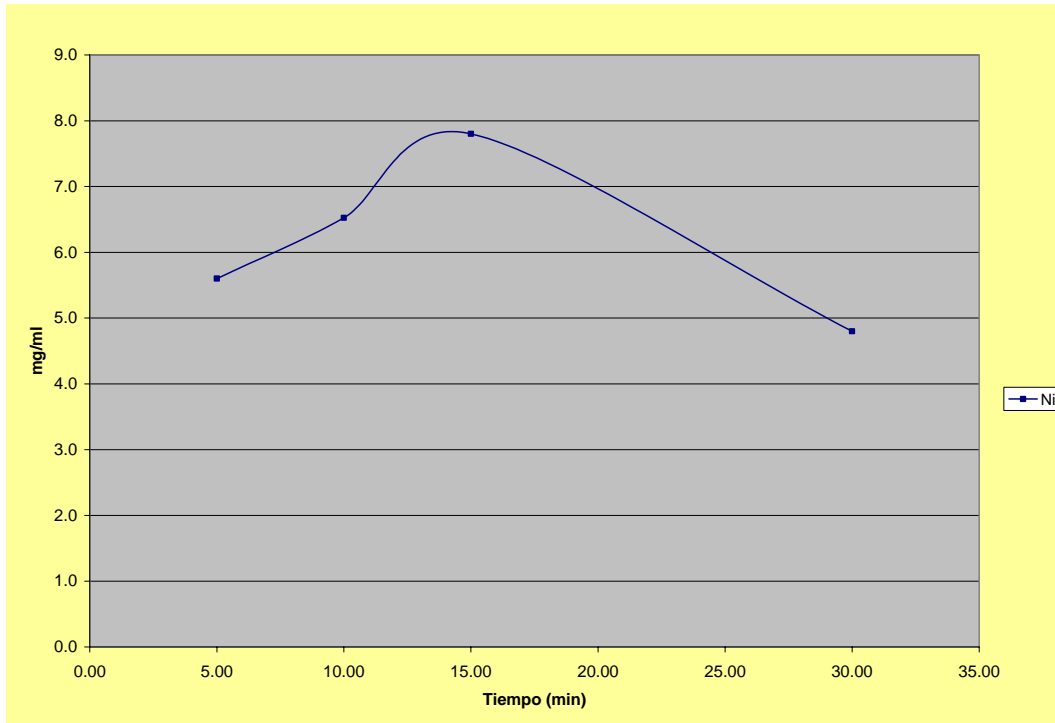


Figura 7.20. Extracción de níquel con ácido sulfúrico a 40°C.

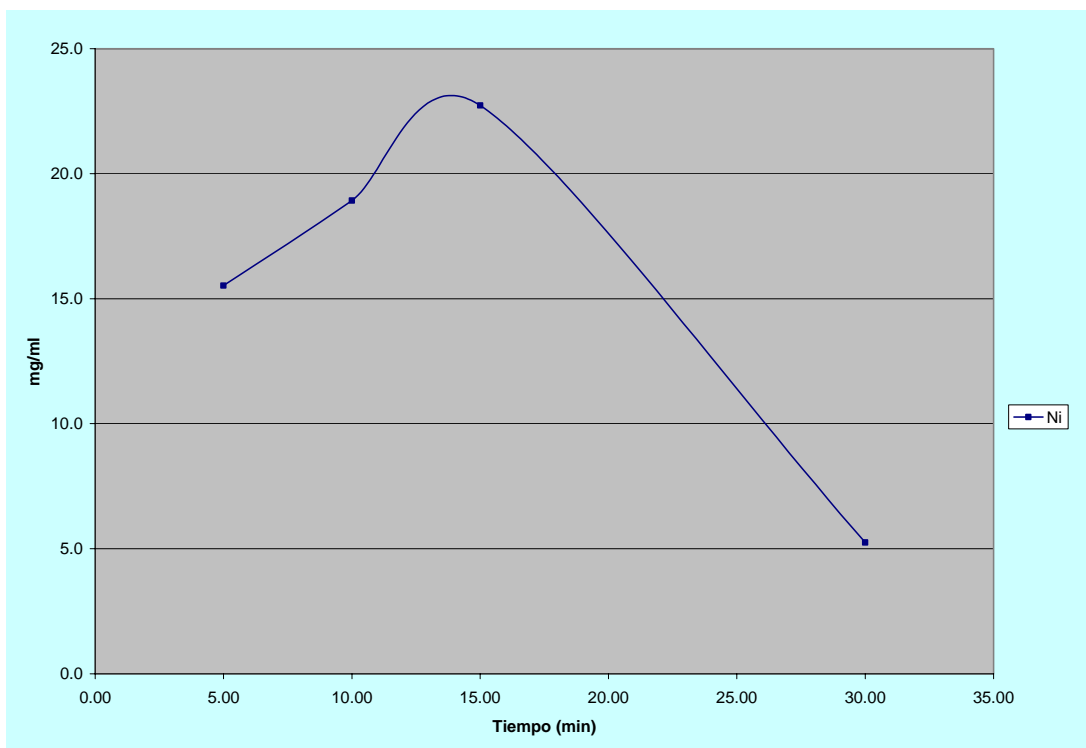


Figura 7.21. Extracción de níquel con ácido sulfúrico a 60°C.

Haciendo las pruebas con ácido sulfúrico para la extracción del níquel se percibe que se obtienen mejores extracciones. A condiciones estándar se observa una máxima extracción de 13.68 mg/ml a 30 minutos de haberse iniciado la reacción. A 40°C se observa una máxima extracción de 7.8 mg/ml a los 15 minutos y a 60°C la máxima fue de 22.73 mg/ml a los 15 minutos. Se ve cristalización en las tres muestras después de cierto tiempo.

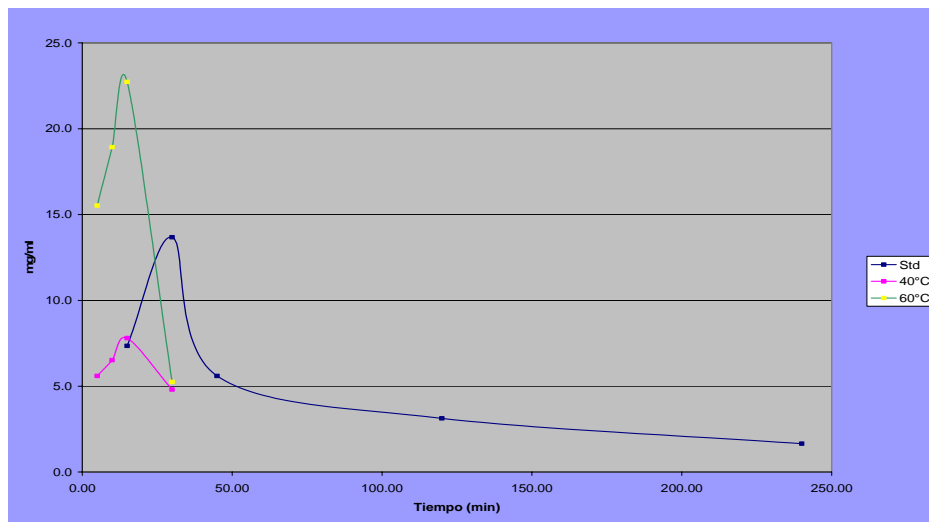


Figura 7.22. Comparación de extracción de Ni en ácido sulfúrico a condiciones estándar, a 40°C y a 60°C.

Al comparar las tres extracciones, se observa que se obtuvo una mejor extracción a 60°C, luego a condiciones estándar y por último a 40°C. La curva de 60°C muestra una caída de concentración repentina de muy alto a muy bajo, llega a alcanzar la concentración obtenida al mismo tiempo a 40°C.

7.4 Temperaturas de Extracción

7.4.1 Cadmio

Cd Acido Acético			
Muestra = 2.8199 g en 5.6 ml ácido (20.377mg/ml Cd)			
Tiempo (min)	Temp. °C	Tiempo (min)	Temp. °C
0.17	30.0	3.50	42.0
0.33	35.0	4.00	41.0
0.50	39.0	5.00	39.0
0.67	42.0	6.00	37.0
0.83	43.0	10.00	32.0
1.00	44.0	15.00	29.0
1.17	44.0	20.00	28.0
1.33	44.0	25.00	26.0
1.50	44.0	30.00	26.0
1.67	44.5	35.00	26.0
1.83	44.0	40.00	24.0
2.00	44.0	45.00	23.0
2.17	44.0	50.00	23.0
2.50	43.5	60.00	22.0
3.00	43.0		

Tabla 7.10. Resultados obtenidos en la prueba de temperatura de extracción para cadmio con ácido acético.

La temperatura de extracción para el Cd reaccionando con el ácido acético se obtiene de la reacción exotérmica del ácido con el metal. En esta tabla es posible observar los resultados que se obtuvieron en las pruebas de temperatura y podemos ver que las temperaturas no aumentan exageradamente, se mantienen en un rango de 20-45°C. La temperatura máxima se observó a los 1.67 minutos y fue de 44.5°C. Esto representa un incremento de 14.5 °C desde la temperatura de inicio.

Cd H ₂ SO ₄					
Muestra = 3.1575 g en 6.3 ml ácido (5.119 mg/ml Cd)					
Tiempo	Temp.	Tiempo	Temp.	Tiempo	Temp.
(min)	°C	(min)	°C	(min)	°C
0.17	50	3.33	102	6.50	94
0.33	55	3.50	101	7.00	93
0.50	59	3.67	100	7.50	90
0.67	60	3.83	101	8.00	89
0.83	64	4.00	102	8.50	87
1.00	65	4.17	102	9.00	86
1.17	67	4.33	101	10.00	83
1.33	68	4.50	101	11.00	81
1.50	69	4.67	100	12.00	78
1.67	69	4.83	100	14.00	73
1.83	70	5.00	99	16.00	69
2.00	71	5.17	98	18.00	62
2.17	90	5.33	98	23.00	57
2.33	95	5.50	97	28.00	52
2.50	98	5.67	97	33.00	48
2.67	100	5.83	96	40.00	42
2.83	102	6.00	96	60.00	32
3.00	102	6.17	95	60.50	31
3.17	102	6.33	95		

Tabla 7.11. Resultados obtenidos en la prueba de temperatura de extracción para cadmio con ácido sulfúrico.

Para analizar la temperatura de reacción del Cd con ácido sulfúrico, agregamos una cantidad de ácido a la muestra y fuimos observando el cambio de temperaturas. En la Tabla 7.10 podemos observar la misma tendencia que para el ácido acético, pero con la diferencia que el ácido sulfúrico alcanza temperaturas más altas. En esta reacción pudimos observar que la temperatura máxima de extracción fue de 102°C, la cual se alcanzo a los 3.17 minutos. En este caso observamos una significativa diferencia de temperaturas de 52°C desde el comienzo de la reacción. En las siguientes gráficas se puede observar el comportamiento de la muestra con los ácidos, observando tiempo vs. temperatura.

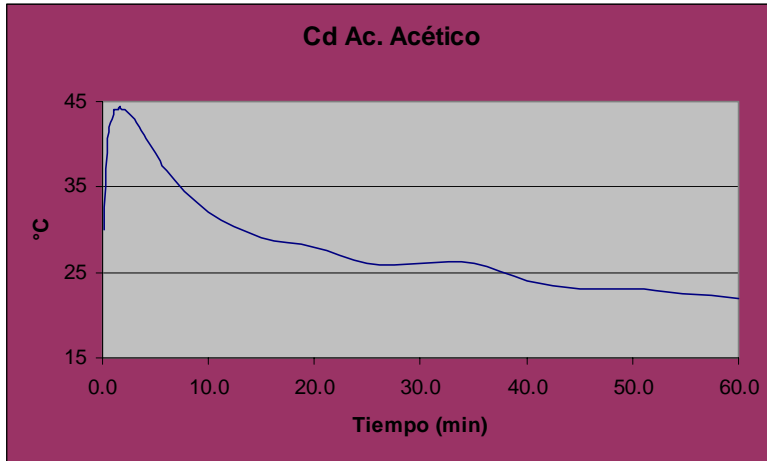


Figura 7.23. Temperatura de extracción para cadmio con ácido acético.

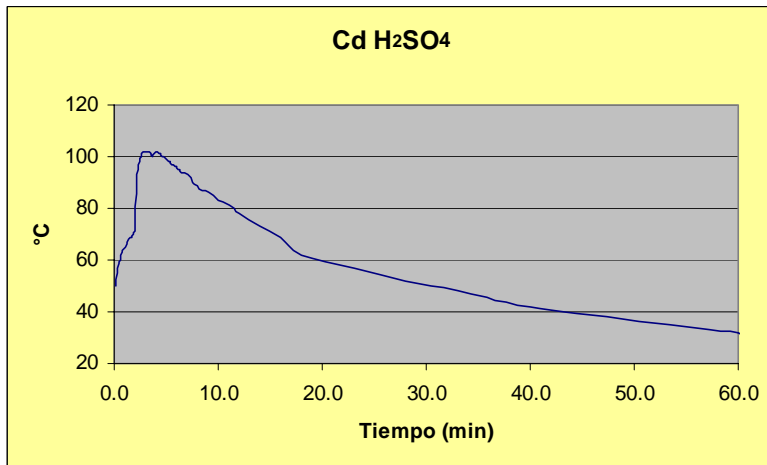


Figura 7.24. Temperatura de extracción para cadmio con ácido sulfúrico.

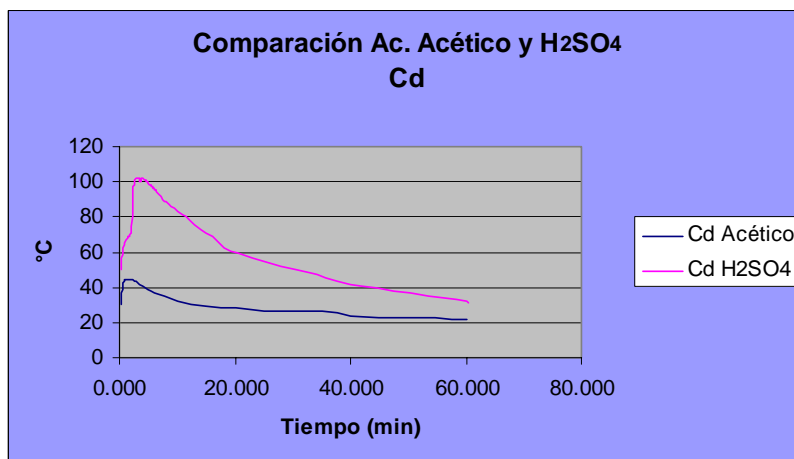


Figura 7.25. Extracción de Cd observando la temperatura de reacción con ácido acético y ácido sulfúrico.

Para poder comprobar las temperaturas de extracción, se realizaron experimentos para cadmio con ácido acético y ácido sulfúrico. En las figuras se observa como el ácido sulfúrico llega a una temperatura más alta para la extracción; esta temperatura fue de 102°C a los 3.17 minutos. En cambio, para el ácido acético la temperatura máxima fue de 44.5 al 1.67 minuto. La extracción con ácido sulfúrico se tarda un poco más de tiempo, pero llega a una temperatura más alta. Las diferencias de temperatura para el mismo metal pero con diferentes ácidos fue de aproximadamente 57°C.

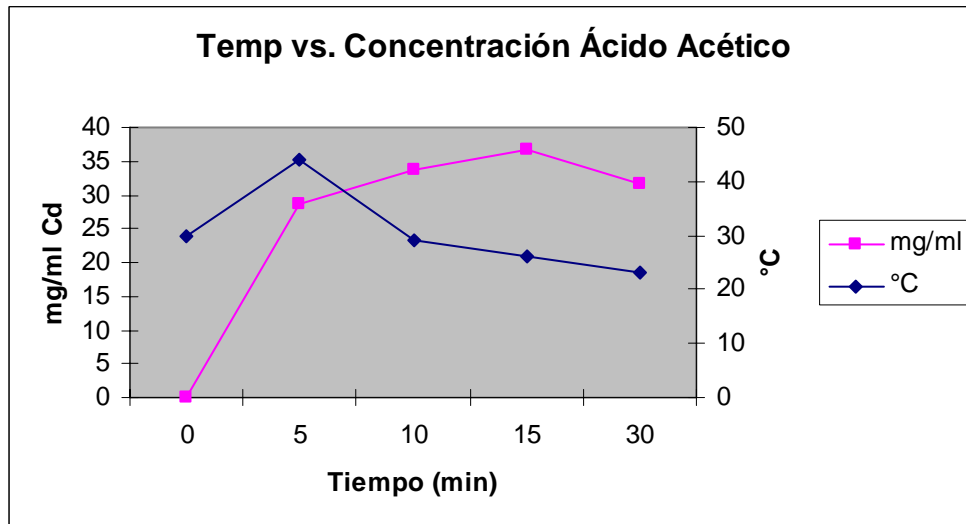
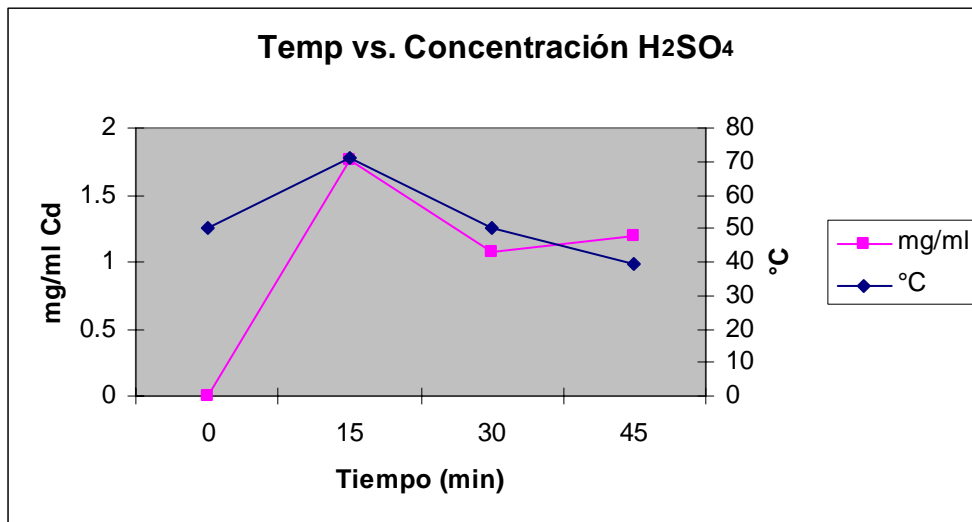


Figura 7.26. Relación de temperatura con concentraciones de cadmio extraído en ácido acético y ácido sulfúrico.

Comparando las concentraciones obtenidas a diferentes tiempos y el cambio de temperatura a medida que el tiempo pasa, se puede notar en la Figura 7.26 que a medida que la temperatura aumenta, la concentración de metal también aumenta. Este comportamiento se observa de igual manera para el ácido acético que para el ácido sulfúrico. Esto se explica porque las reacciones de ácidos con metales son reacciones exotérmicas y por lo tanto entre mayor sea la temperatura, mayor será la extracción. De igual manera después de cierto tiempo, la temperatura empieza disminuir y las concentraciones extraídas empiezan a disminuir también por cristalización en paralelo.

7.4.2 Níquel

Ni Acido Acético			
Muestra = 1.9548 g en 4 ml ácido (0.729 mg/ml Ni)			
Tiempo (min)	Temp. °C	Tiempo (min)	Temp. °C
0.167	19	7.00	19.5
0.333	19	8.00	20
0.667	19	9.00	20
1.00	19	10.00	20
1.33	19	11.00	20
2.00	19	12.00	20
3.00	19.5	13.00	20
4.00	19.5	14.00	20
5.00	19.5	15.00	20
6.00	19.5	20.00	20
		60.00	19

Tabla 7.12. Resultados obtenidos en la prueba de temperatura de extracción para níquel con ácido acético.

Para el níquel se realizaron pruebas de la misma manera, agregando ácido al metal y midiendo los cambios de temperatura. La reacción de níquel con ácido acético no es muy exotérmica ya que la temperatura no aumenta en mayor cantidad. La temperatura de inicio de la reacción es 19°C y el cambio de temperatura es de 1°C a los 8 minutos.

Ni H ₂ SO ₄			
Muestra = 2.6839 g en 5.4 ml ácido (44.529 mg/ml Ni)			
Tiempo (min)	Temp. °C	Tiempo (min)	Temp. °C
0.08	60	2.00	72
0.17	70	2.50	71
0.25	75	2.83	70
0.33	78	3.17	69.5
0.50	79	3.50	69
0.67	80	4.00	68
0.83	78	5.00	66.5
1.00	75	6.00	64
1.17	74	7.00	63
1.33	74	8.00	62
1.50	74	20.00	37
1.67	73	35.00	32
1.83	72	60.00	29

Tabla 7.13. Resultados obtenidos en la prueba de temperatura de extracción para níquel con ácido sulfúrico.

En la reacción de níquel con ácido sulfúrico se aprecia un cambio de temperatura más elevado. Al inicio de la reacción se percibió una temperatura de 60°C, esto es a los 0.08 minutos después de haber adicionado el ácido a la muestra metálica. La máxima temperatura de extracción se observa a los 0.67 minutos y fue de 80°C; esto representa un cambio de temperaturas de 20°C desde el inicio de la reacción. En las siguientes gráficas se pueden ver los cambios de temperaturas que se presentaron para las reacciones de níquel con ácido acético y con ácido sulfúrico.

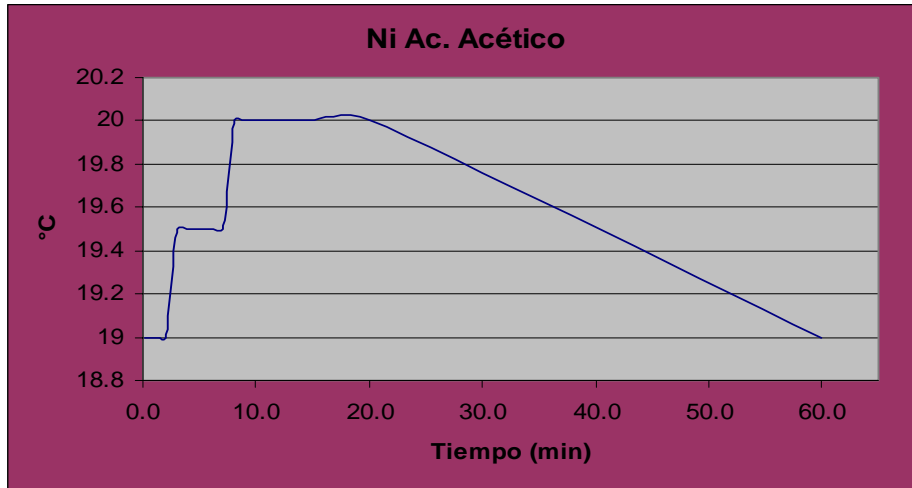


Figura 7.27. Temperatura de extracción para níquel con ácido acético.

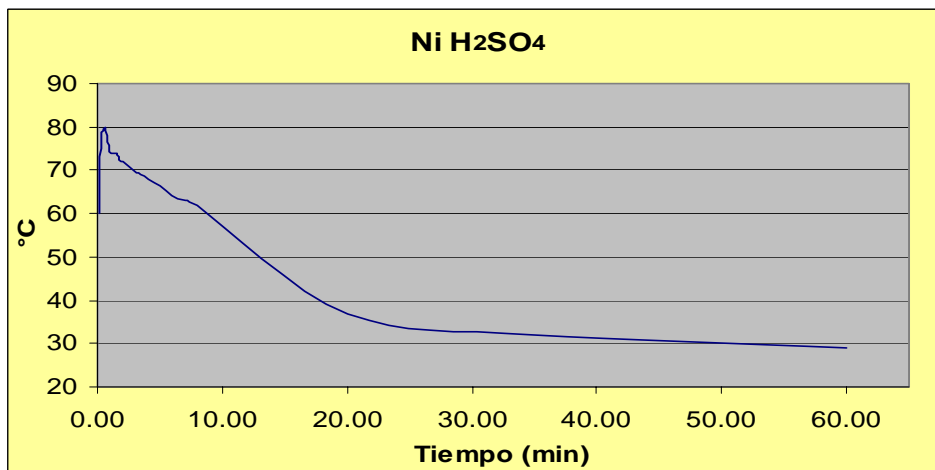


Figura 7.28. Temperatura de extracción para níquel con ácido sulfúrico.

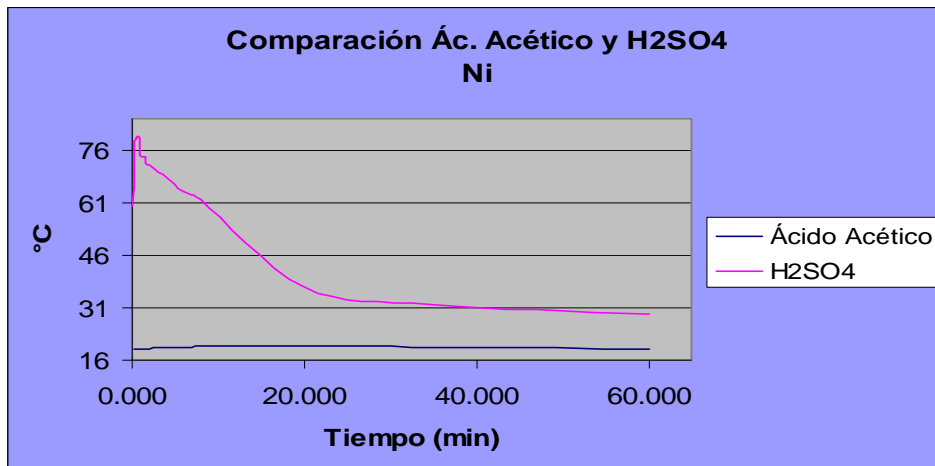


Figura 7.29. Extracción de Ni observando la temperatura de reacción con ácido acético y ácido sulfúrico.

Para poder comprobar las temperaturas de extracción, se realizaron experimentos para níquel con ácido acético y ácido sulfúrico. En la Fig. 7.28 se observa como el ácido sulfúrico llega a una temperatura más alta para la extracción; esta temperatura fue de 80°C a los 0.67 minutos. En cambio, para el ácido acético la temperatura máxima fue de 20°C a los 8 minutos. La extracción con ácido sulfúrico fue más rápida que para el ácido acético y la temperatura fue mayor.

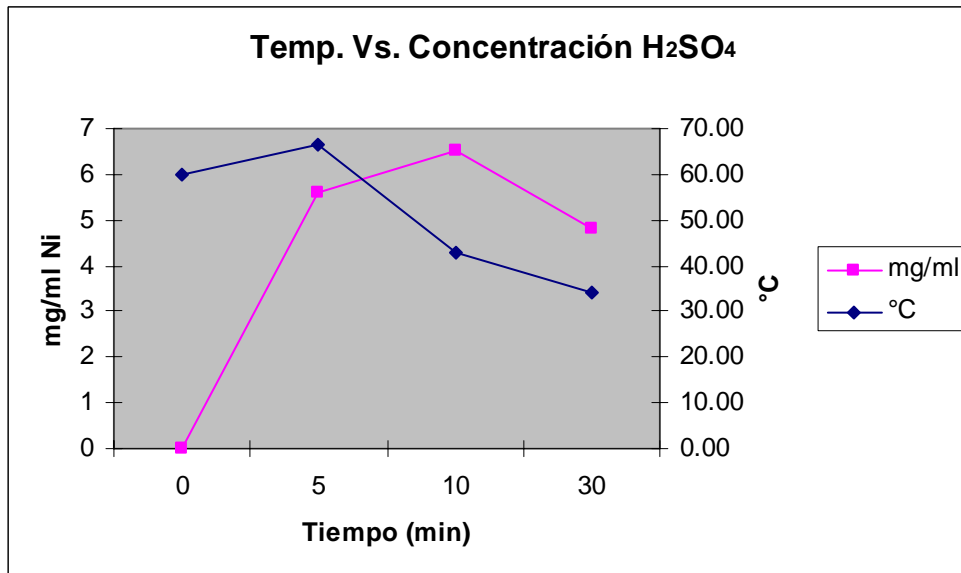
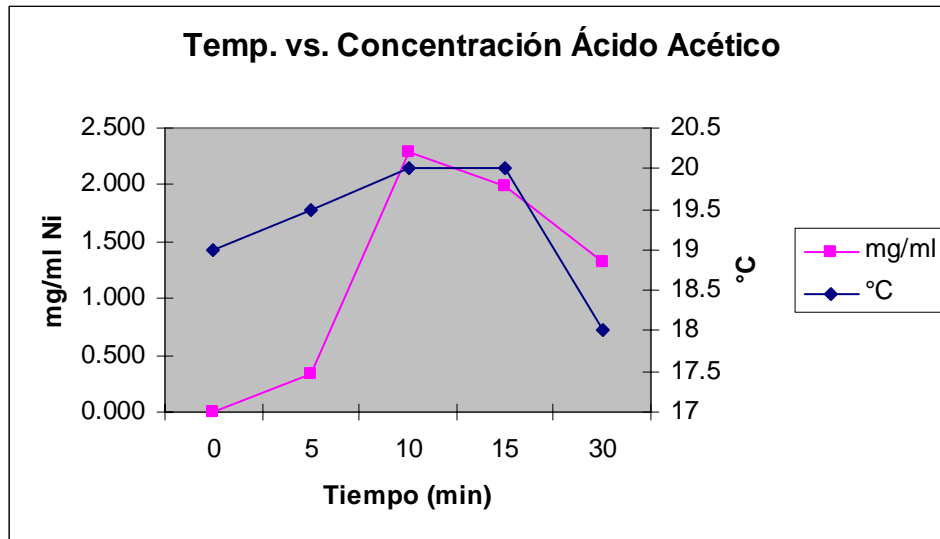


Figura 7.30. Relación de temperatura con concentración de níquel extraído en ácido acético y ácido sulfúrico.

Estas figuras muestran un mismo comportamiento que para el cadmio, aunque las temperaturas sean menores y las concentraciones también. A medida que la temperatura aumenta, la concentración de metal también aumenta. Este comportamiento se observa de igual manera para el ácido acético que para el ácido sulfúrico. Esto se explica porque las reacciones de ácidos con metales son reacciones exotérmicas y por lo tanto entre mayor sea la temperatura, más se va a extraer. Después de un cierto tiempo, tanto las temperaturas como las concentraciones empiezan a disminuir. Esto comprueba que las temperaturas máximas de extracción son precisamente cuando se obtienen las concentraciones máximas.

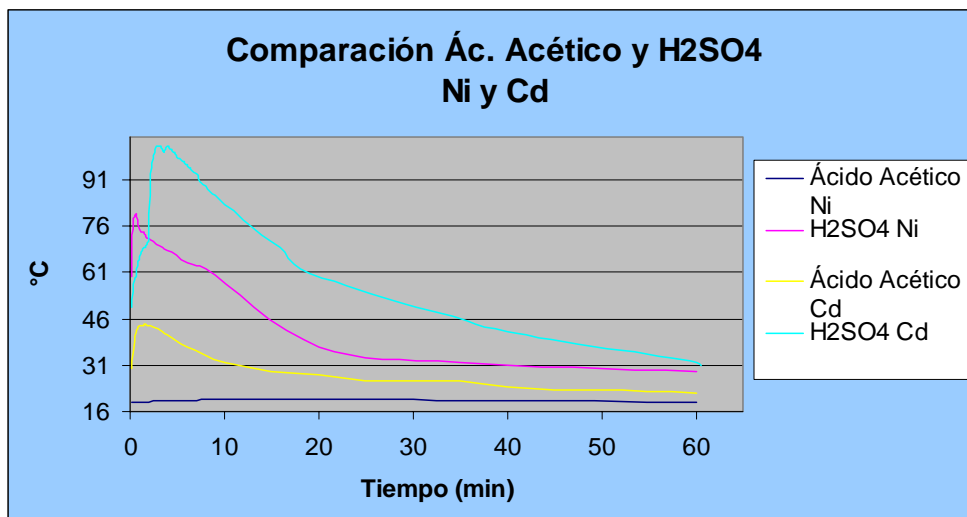


Figura 7.31. Comparación de temperaturas para el níquel y para el cadmio con ácido sulfúrico y ácido acético.

En ésta grafica se nota que tanto para el níquel como para el cadmio, la temperatura más alta se observa con el ácido sulfúrico, siendo más alta para la extracción del cadmio. Todas las reacciones presentaron el mismo comportamiento, aumenta la temperatura hasta un máximo y luego empieza a disminuir.

7.5 Eficiencia de Obtención de Metales.

Para determinar cuanto metal es posible de recuperar de las baterías de Ni-Cd para este proyecto, se analizó la eficiencia de obtención utilizando los datos obtenidos de las extracciones. En las siguientes tablas se muestran los porcentajes de obtención de los metales níquel y cadmio por peso de pila, por interior de pila, y por muestra³.

7.5.1 Cadmio

		% por muestra	% por interior	% por pila
Acido Acético	Std	3.303	0.656	0.453
	40°C	10.203	2.829	2.302
	60°C	10.836	3.220	2.666
Acido Sulfúrico	Std	0.516	0.103	0.071
	40°C	1.655	0.447	0.340
	60°C	2.430	0.717	0.582

Tabla 7.14. Resultados obtenidos en porcentaje del cadmio extraído con ácido acético y ácido sulfúrico.

En la Tabla 7.14 se observan los resultados de la obtención de cadmio con ácido acético y ácido sulfúrico. Estos datos se obtuvieron pesando la pila con la que se realizó cada experimento, así como el peso de su interior, y el peso de la muestra desmontada de la placa de cadmio. Se puede observar que como anteriormente identificamos, a las condiciones donde obtuvimos las máximas cantidades de extracción, son a las mismas que se obtienen los máximos porcentajes de obtención del metal a las tres condiciones de operación. En este caso, se tomaron los porcentajes más altos obtenidos en cada caso, coincidiendo así con las concentraciones máximas posibles.

³ Muestra: parte metálica desmontada de cada placa, ya sea de níquel o de cadmio.

7.5.2 Níquel

		% por muestra	% por interior	% por pila
Acido Acético	Std	0.438	0.160	0.132
	40°C	0.757	0.270	0.219
	60°C	3.805	0.239	0.184
Acido Sulfúrico	Std	3.707	1.601	1.220
	40°C	2.427	0.922	0.750
	60°C	33.243	2.620	2.012

Tabla 7.15. Resultados obtenidos en porcentaje del níquel extraído con ácido acético y ácido sulfúrico.

Los resultados que se muestran en la Tabla 7.15 fueron obtenidos de la misma manera que para el cadmio. Los pesos de las pilas, interiores y muestras fueron realizados específicamente para las pilas que se usar en cada experimento. De la misma manera, los porcentajes que se observan coinciden ser los máximos para cada condición de operación. Los porcentajes observados para el níquel son más bajos que para el cadmio, por lo tanto entendemos que el ácido acético y el ácido sulfúrico no son muy efectivos para la extracción del níquel. Para el níquel extraído con el ácido acético, el mayor porcentaje se observó 40°C y con el ácido sulfúrico el porcentaje más alto de obtención de metal fue a 60°C.

7.6 Determinación Cruzada en Batería Nueva

Ni	Contaminación de Cd
mg/ml	mg/ml
3000	1.976

Cd	Contaminación de Ni
mg/ml	mg/ml
4350	0.62

Tabla 7.16. Resultados obtenidos de batería nueva.

La Tabla 7.16 presenta los resultados obtenidos al hacer las pruebas de extracción para una batería nueva. Se observa la concentración de níquel

que se puede extraer de una batería nueva y consecuentemente, se le midió la concentración de cadmio a la muestra que contenía mayormente níquel. Esta concentración resultó ser 0.066% de la concentración de níquel. Consecuentemente, a la muestra que contenía mayormente Cd, se le midió la concentración de Ni. Esta contaminación resultó ser de 0.014%. En la Fig. 7.32 se puede observar claramente la proporción de Cd que existe en las muestras de Ni, y la proporción de Ni en las muestras de Cd en una batería nueva.

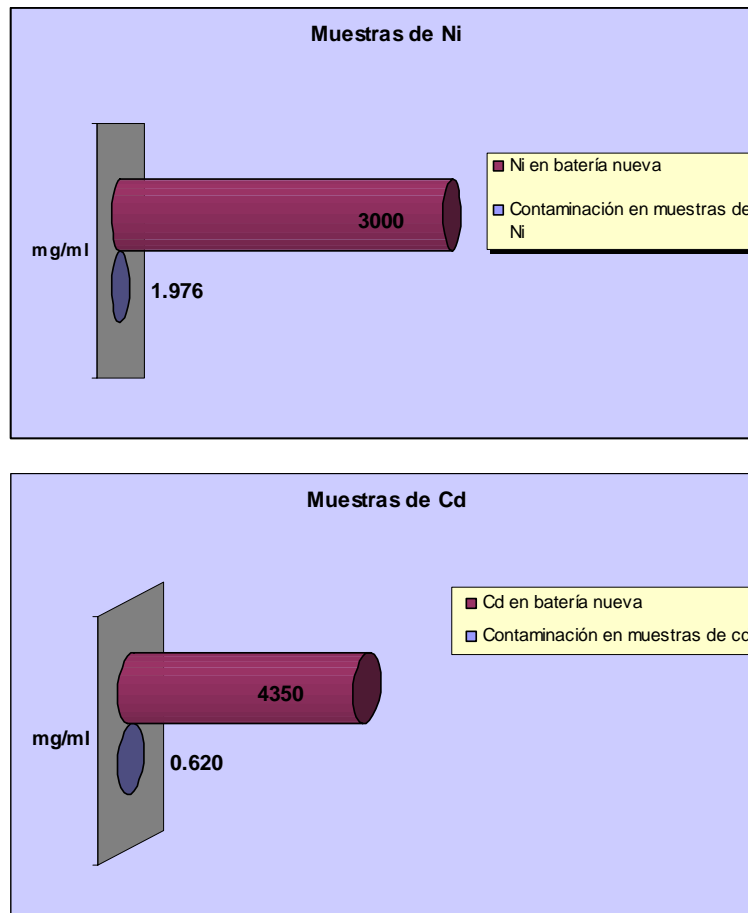


Figura 7.32. Contaminación en muestras de Ni y Cd en batería nueva.

7.7 Determinación Cruzada en Muestras de Níquel

Para comprobar que las placas de níquel y las placas de cadmio tienen en su mayoría su metal correspondiente, se realizaron pruebas para

comprobar lo anterior y justificar el trato que se le dio a cada una de las placas y a sus componentes. Esta prueba consistió en hacer determinaciones cruzadas a las muestras, o sea, determinarle el cadmio en las muestras que contenían en su mayoría níquel. Se obtuvieron los resultados presentados en la Tabla 7.17.

Contaminación en muestras de Ni			
	Tiempo (min)	mg Ni/ml	Contaminación, mg cd/ml
Ac. Acetico 40°C	5	81.88	65.00
Ac. Acetico 40°C	10	570.00	195.00
Ac. Acetico 40°C	15	494.38	140.00
Ac. Acetico 40°C	30	331.25	281.88
Ac. Acetico 60°C	5	146.25	80.63
Ac. Acetico 60°C	10	519.38	160.00
H ₂ SO ₄ Std	120	3.13	0.87
H ₂ SO ₄ 40°C	15	7.80	0.82
H ₂ SO ₄ 60°C	10	18.93	2.81

Tabla 7.17. Resultados obtenidos de interferencia de Cd en muestras de Ni.

En la Fig. 7.33 se muestra el comportamiento de las concentraciones de las muestras originales comparadas con la cantidad de interferencia que se determinó para cada una de ellas.

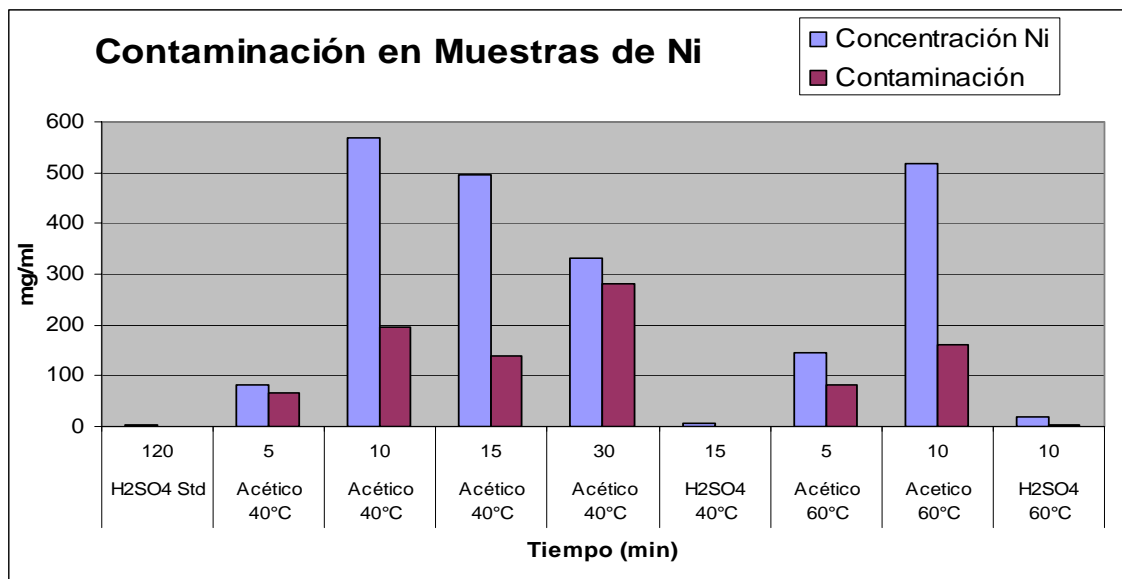


Figura 7.33. Contaminación en muestra de Ni extraído con ácido acético.

Se puede observar que en las muestras de ácido acético a 40°C se obtuvieron interferencias bastante altas, por ejemplo, en la muestra obtenida a los 5 minutos, se obtuvo una interferencia del 79%. En la muestra obtenida a los 30 minutos, la interferencia fue de 85%. Al contrario de esto, pero aún así presentando una interferencia, con ácido sulfúrico a 40°C la interferencia se presentó de 10%.

7.8 Precipitación por Cambio de pH

Los métodos de purificación se llevaron a cabo a las condiciones óptimas de operación que se determinaron anteriormente. Estos resultados se obtuvieron para el cadmio con ácido acético y por lo tanto se utilizaron estos datos y estas muestras para realizar la purificación.

7.8.1 Cadmio con Ácido Acético

A la solución de cadmio extraído con ácido acético, se le agregaron dos compuestos básicos, NaOH y Ca(OH)₂, para comparar el comportamiento de las concentraciones entre los dos. A medida que aumenta el pH de la solución ácida en que se encuentra el Cd, éste irá precipitando en forma de Cd²⁺. Para comprobar que el Cd está precipitando, se analizó la eficiencia de remoción del metal en la solución. La siguiente ecuación muestra como se obtiene esta eficiencia:

$$\boxed{\text{Eficiencia de Remoción} = \frac{\text{mg/ml}_{\text{inicial}} - \text{mg/ml}_{\text{final}}}{\text{mg/ml}_{\text{inicial}}} * 100} \quad (\text{Ec. 7.1})$$

Para el cadmio extraído en ácido acético, se observaron las siguientes eficiencias de remoción con NaOH y Ca(OH)₂:

Eficiencia de remoción NaOH	21.422
--------------------------------	--------

Eficiencia de remoción Ca(OH) ₂	56.338
---	--------

Tabla 7.18. Eficiencias de precipitación para Cd con NaOH, 2N y Ca(OH)₂, 2N.

En la Tabla 7.18 se observa que se obtuvo una mejor remoción cuando se agregó Ca(OH)₂ a la solución ácida. Esta eficiencia fue del 56.338% comparada con la remoción obtenida con NaOH, que fue de 21.422%. La Fig. 7.34 muestra el comportamiento de las concentraciones a medida que se agregan las soluciones básicas.

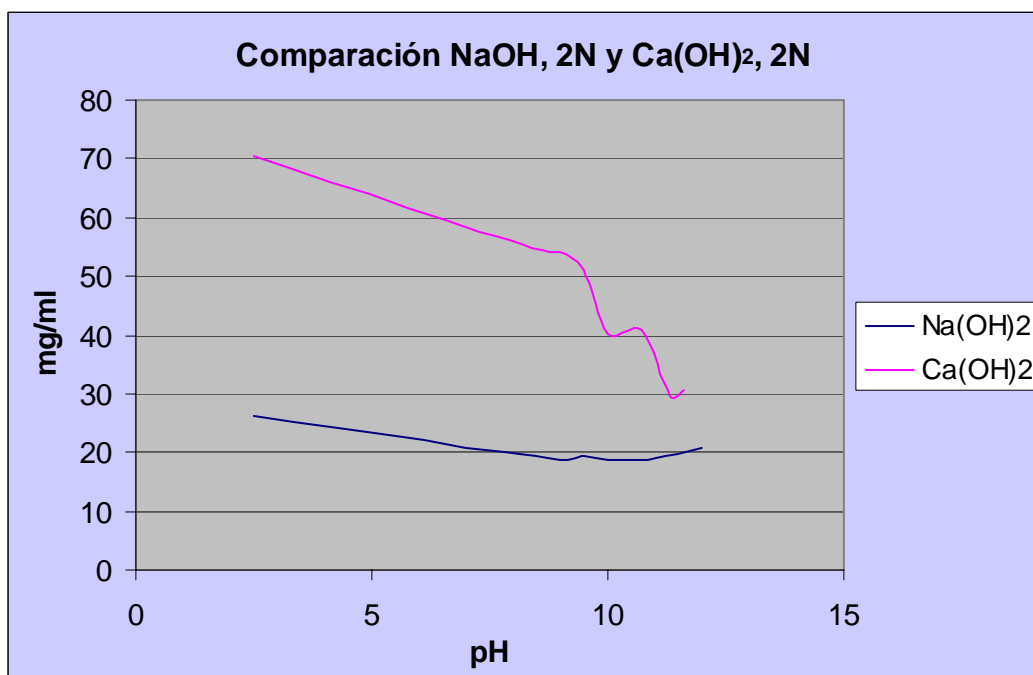


Figura 7.34. Comparación de concentración de Cd vs. pH con NaOH, 2N y Ca(OH)₂, 2N.

En la Fig. 7.34 se puede ver el comportamiento de las dos soluciones comparadas. En los resultados obtenidos para la solución de NaOH, 2N, se puede ver que a medida que el pH aumenta, o sea se hace más ácido, las concentraciones de Cd en solución van disminuyendo. Esto comprueba que el Cd se está precipitando. Al final de la prueba, la concentración de Cd

disminuye 5.65 mg/ml. Cuando se agrega la solución $\text{Ca}(\text{OH})_2$, 2 N. el cambio de concentraciones se va dando más rápido y se observa una remoción más alta del metal. La diferencia en concentraciones del inicio de la prueba al final con $\text{Ca}(\text{OH})_2$, es de 39.66 mg/ml , esto representa un 56.34% de remoción. Se observa que el cambio de concentraciones de la solución con $\text{Ca}(\text{OH})_2$ es más drástico y da como resultado una mejor remoción del metal en solución ácida.

NaOH, 2N			
pH	ml agregados	# de equivalentes	mg/ml
2.5	0	0	26.288
9	66	0.132	18.819
9.5	73	0.146	19.469
10	79	0.158	18.588
10.5	82	0.164	18.881
11	83.5	0.167	19.213
12	85	0.17	20.656

$\text{Ca}(\text{OH})_2$			
pH	ml agregados	# de equivalentes	mg/ml
2.5	0	0	70.404
8.4	23	0.046	54.912
9	26.5	0.053	54.112
9.5	29	0.058	51.170
10	31.5	0.063	40.033
10.7	32.5	0.065	40.995
11.3	34	0.068	29.678
11.6	35	0.07	30.740

Tabla 7.19. Cambio de pH con solución NaOH, 2N y $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 2N.

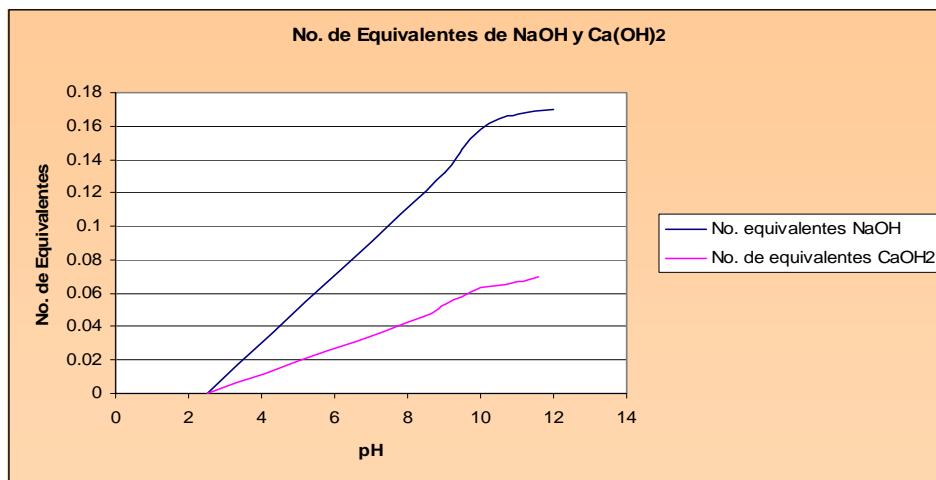


Figura 7.35. No. de equivalentes químicos con NaOH 2N y $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 2n contra pH.

7.9 Evaporación /Calcinación

7.9.1 Evaporación

Por este medio se pretende obtener la sal correspondiente retirando todo el líquido presente en la muestra. La muestra se evapora a 80°C en una estufa por 7 horas, hasta obtener un producto sin líquido. A continuación se presentan las formulas utilizadas para obtener el % de humedad que contenía la muestra y el % de sólidos totales.

$$\% \text{ Humedad} = \frac{(\text{Crisol} + \text{muestra}_{\text{liq}} - \text{Crisol}_{\text{evap}})}{\text{Crisol} + \text{muestra}_{\text{liq}} - \text{Crisol}} * 100 \quad (\text{Ec. 7.2})$$

$$\% \text{ ST} = 1 - \% \text{ Humedad} \quad (\text{Ec.7.3})$$

% ST = Sólidos Totales

% Humedad	% ST
60.193	39.807

Tabla 7.20. Porcentajes obtenidos de humedad y sólidos totales en muestra de Cd.

7.9.2 Calcinación

Posteriormente se calcinó la muestra en una mufla a 550°C durante 45 minutos, para así obtener el metal oxidado. A continuación se muestran las formulas utilizadas para calcular el % de sólidos fijos en la muestra y el % de sólidos volátiles.

$$\% \text{ SF} = \frac{\text{Crisol}_{\text{calci}} - \text{Crisol}}{\text{Crisol}_{\text{evap}} - \text{Crisol}_{\text{calci}}} * \% \text{ ST} * 100 \quad (\text{Ec. 7.4})$$

$$\%SV = (1 - \%SF) * \%ST * 100$$

(Ec. 7.5)

%SF = Sólidos Fijos

%SV = Sólidos Volátiles

La muestra de cadmio en solución con ácido acético fue tratada por el procedimiento descrito anteriormente, y a continuación se presentan los resultados que se obtuvieron:

%SF	%SV
3.146	36.661

Tabla 7.21. Cantidad en peso de sólidos fijos y sólidos volátiles obtenidos en experimento.

Se puede ver que $SF + SV = ST$ y que $ST + H = 100\%$.

7.10 Intercambio Iónico

La solución que contiene el metal se hace pasar a través de una resina catiónica fuerte, en este caso se utilizó la Resina Amberlite, que atrapa los iones del metal.

7.10.1 Cadmio

A continuación se presentan datos útiles para esta determinación, tales como la capacidad de la resina que se utiliza, densidad, pesos moleculares, entre otros. Estos datos fueron aplicables para posteriormente desarrollar el proceso de recuperación y purificación del metal.

Especificaciones		
Capacidad resina	60	g/l
Densidad resina	817	g/l
PM CaCO ₃	100	g/mol
PM Cd	112	g/mol
Vol. muestra	5	ml
Muestra original	29.714	g/l
g Cd / 10 ml resina	0.672	
ml resina / l sol Cd	442.168	
ml resina	2.211	
g resina	1.806	

Tabla 7.22. Especificación de datos para experimento.

La cantidad de resina a agregar se calculó utilizando los pesos moleculares del Cd y del CaCO₃, tomando en cuenta el volumen de la muestra de cadmio en ácido acético y la concentración de esta muestra. La cantidad de resina total a agregar fue de 1.806 g, la cual fue dividida en 4 para agregar la misma cantidad de resina en cada muestra. Por lo tanto, se agregaron 0.452 g de resina para cada muestra.

	g resina	mg/ml
M1	0.452	63.882
M2	0.903	61.444
M3	1.355	68.290
M4	1.806	56.136

Tabla 7.23. Resultados obtenidos con la adición de resina al Cd extraído en ácido acético.

En la tabla 7.23 se presentan los resultados obtenidos de concentraciones después de agregar una cantidad definida de resina, calculada anteriormente.

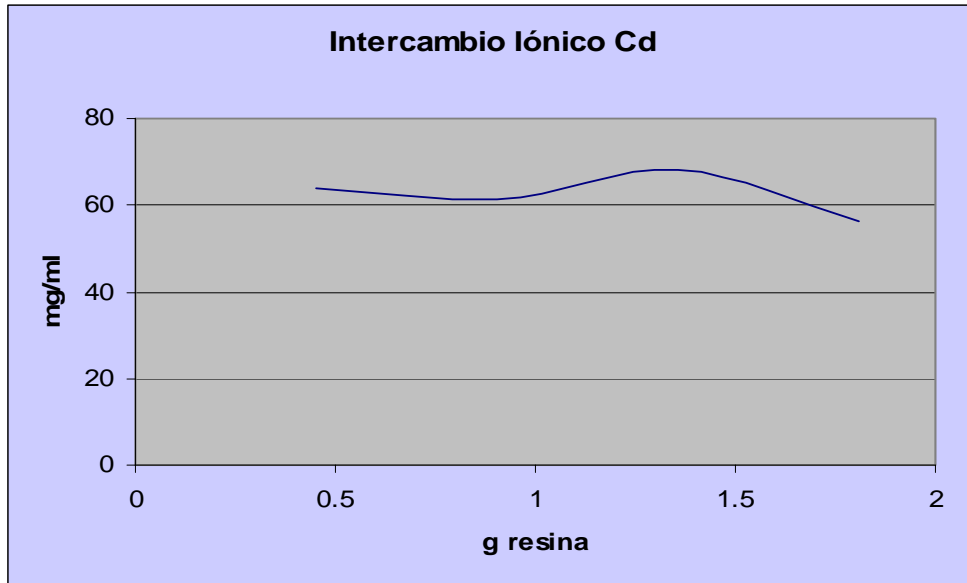


Figura 7.36. Representación de cambio de concentración para Cd con la adición de Resina Amberlite.