

4. RESULTADOS

4.1 Acopio de Baterías.

Como primer paso para obtener muestras para la experimentación correspondiente, se llevó a cabo una recolección de baterías dentro de la universidad, esto da una idea del universo de baterías en sus diferentes clases y presentaciones, Se recibieron los siguientes tipos de pilas:

TABLA I. Tipos de pilas recibidas en el acopio de baterías.

Marca	D	9V	AA	AAA	1.5V
Duracel	2	8	56	33	0
Energizer	0	3	30	23	2
Sony	21	1	22	4	0
Everedy	0	0	28	4	0
eˆtanium	0	0	7	0	0
Panasonic	0	0	15	4	0
Gegasa	0	0	4	0	0
Sunrise	0	0	3	0	0
Ray-o-vac	0	0	2	2	0
Varta	0	0	3	0	0
Fuji 7400	0	0	0	4	0
Tectron HD	0	0	13	0	0
Kirkland	0	0	4	0	0
Varta azul	0	0	2	0	0
Sanyo	0	0	1	0	0
Ray oVac	0	0	9	2	0
Rocket	0	3	2	1	4
Samsung	0	0	1	0	0
Kodak	0	0	4	3	0
Hitachi	0	0	1	0	0
Goldenpower HD	0	1	0	0	0
Maxwell	0	0	1	0	0
SSS	0	0	2	0	0
Toshiva	0	0	2	2	0
Topower	0	0	0	2	0
Kinetik	0	0	0	2	0
Pure Energy	0	0	0	2	0
AccuPlus ultra (varta)	0	0	1	0	0
Hkodak	0	0	2	0	0
Golden Power	0	0	3	0	0
Millenium	0	3	0	0	0
Sony	0	0	0	2	0



En total se recibieron 227 pilas de las cuales 214 eran pilas alcalinas y las restantes pilas recargables, de éstas últimas 5 fueron de NI-MH y 8 Ni-Cd.

Las baterías de celulares que se utilizaron en este trabajo, se obtuvieron visitando tiendas y talleres de reparación de teléfonos celulares, dado que estos dispositivos necesitan para funcionar baterías recargables, todas las pilas provenientes de estas fuentes eran secundarias, y la gran mayoría de Ni-Cd.

4.2 Caracterización

Se analizaron los componentes de las baterías de Ni-Cd, obteniendo los siguientes resultados.

Las baterías de Ni-Cd promedio, están formadas por una carcasa plástica con partes metálicas, al interior se encuentran pilas conectadas entre sí, el número de pilas puede variar de entre tres a seis por baería.

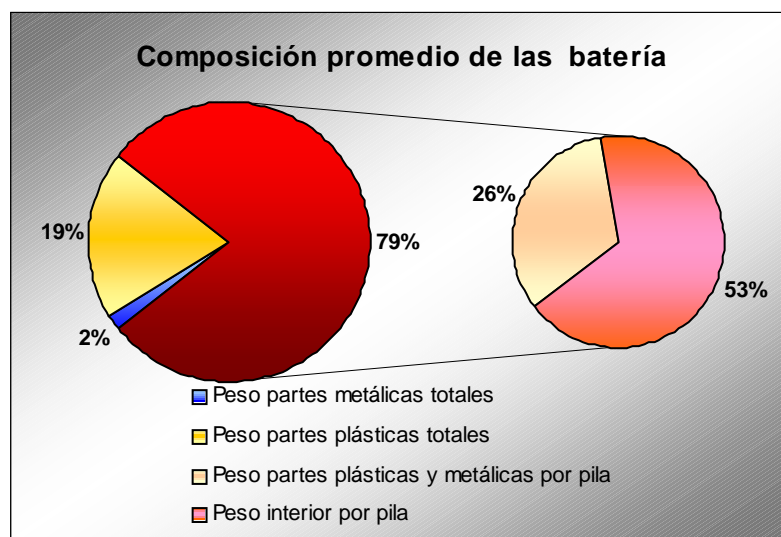


FIG 4.1 CONTENIDO DE MATERIALES DE UNA BATERÍA PROMEDIO.

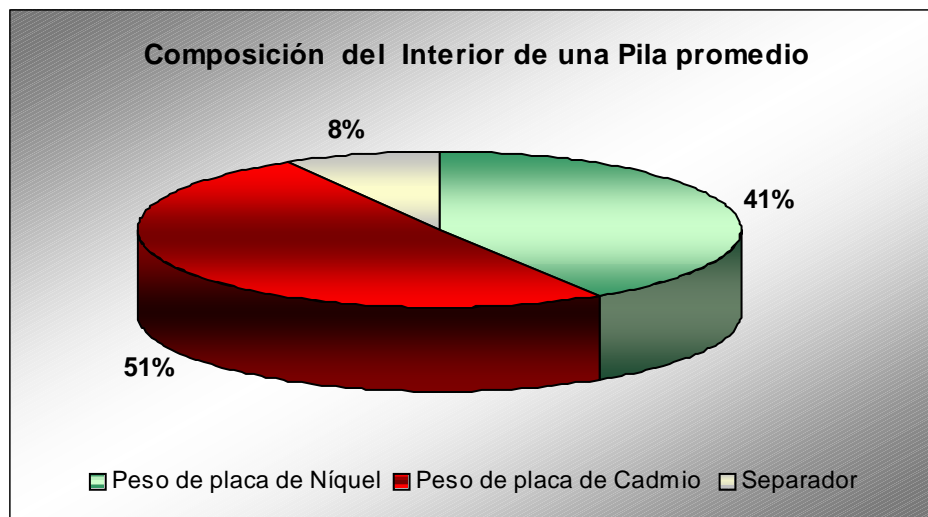


FIG 4.2 GRAFICA QUE MUESTRA EL CONTENIDO DE MATERIALES DE UNA BATERÍA PROMEDIO.

4.3 Extracción con HNO_3 y HCl

El experimento se llevó a cabo con estos dos ácidos, extrayendo los metales contenidos en la pila, por un lado la placa que en su mayor parte contiene Ni y por otro la placa que en su mayor parte contiene Cd, siguiendo el proceso descrito en el punto 3.1.2.

Las pruebas se realizaron a diferentes condiciones de temperatura, en primer lugar a condiciones ambiente, posteriormente aplicando una temperatura de $40^{\circ}C$ y por último de $60^{\circ}C$. de acuerdo a lo descrito en el punto 3.1.3. Se tomaron muestras a un tiempo específico, obteniendo los siguientes resultados mostrados en las tablas II y III.

4.3.1 Extracción de Ni.



Tabla II Resultados obtenidos en la reacción con HNO_3

	Tiempo (min)	Concentración (mg/ml)
HNO_3	15	464.60
	30	357.14
	45	3035.71
	120	1250.00
	240	375.59
40°HNO_3	5	438.75
	10	500.00
	15	306.88
	30	263.75
60°HNO_3	5	196.25
	10	167.50
	15	532.50
	30	133.13

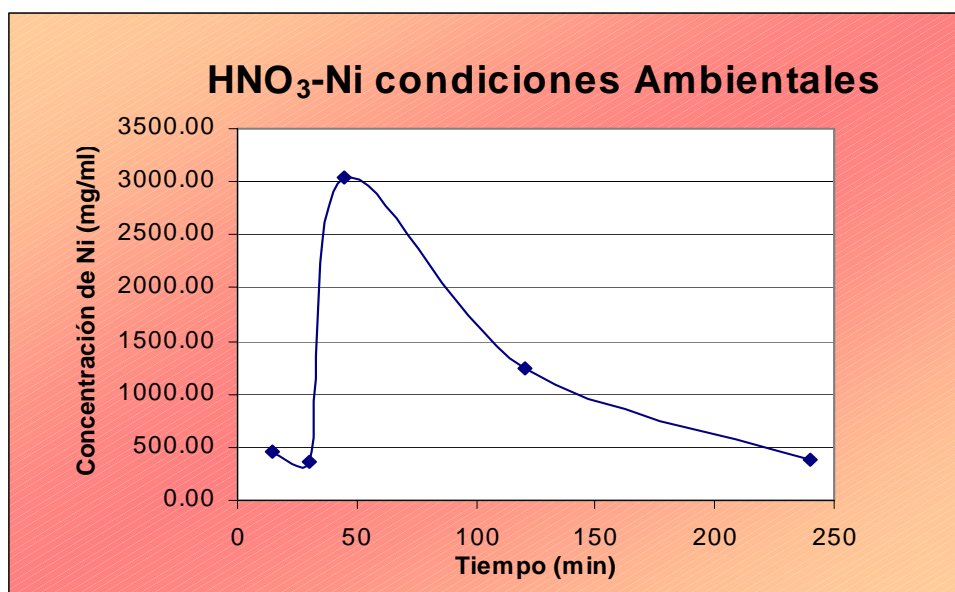


FIG. 4.3 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE NI CONTRA TIEMPO PARA LA REACCIÓN CON HNO_3

En la figura 4.3 se muestran las concentraciones de Ni en solución con el HNO_3 a medida que transcurre el tiempo, se observa una concentración máxima a los 45 minutos de aproximadamente el 3000mg/ml, dicha concentración decrece a



los 60 minutos siendo del 1200mg/ml, este decremento en concentración se debe a en parte al fenómeno de cristalización y el cambio de temperatura este último efecto se muestra más adelante en las pruebas de las mediciones de esta variable.

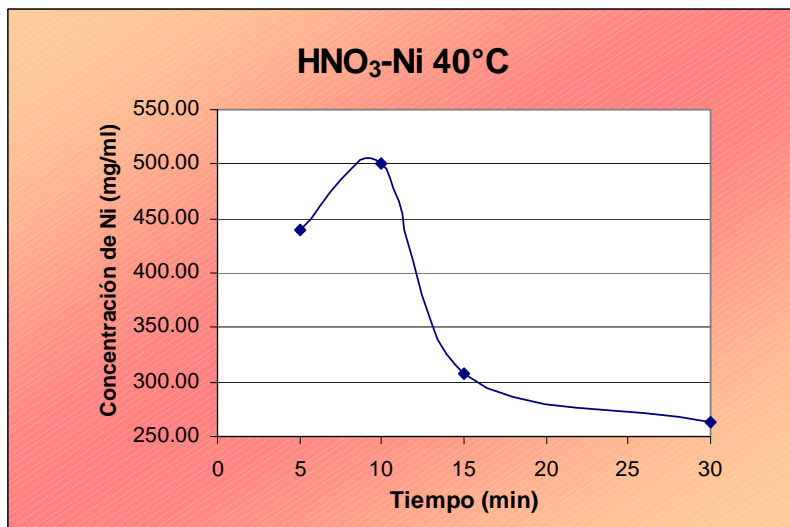


FIG. 4.4 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE NI CONTRA TIEMPO PARA LA REACCIÓN CON HNO₃ 40°C.

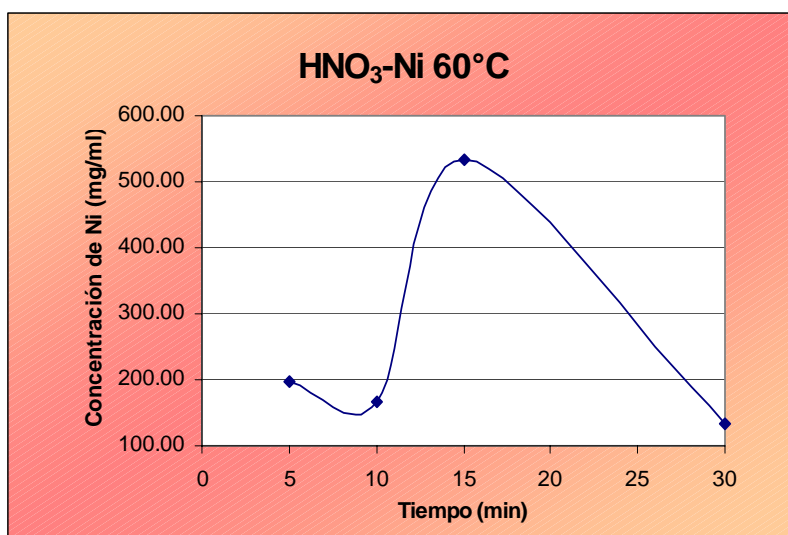


FIG. 4.5 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE NI VS TIEMPO PARA LA REACCIÓN CON HNO₃ A 60°C

En las figuras 4.4 y 4.5 se presenta un comportamiento similar al observado a



temperatura ambiente; aumentando la concentración con el tiempo hasta un punto máximo para luego decrecer y volverse un comportamiento asintótico. En ambos casos la concentración máxima alcanzada es de aproximadamente 500 mg/ml.

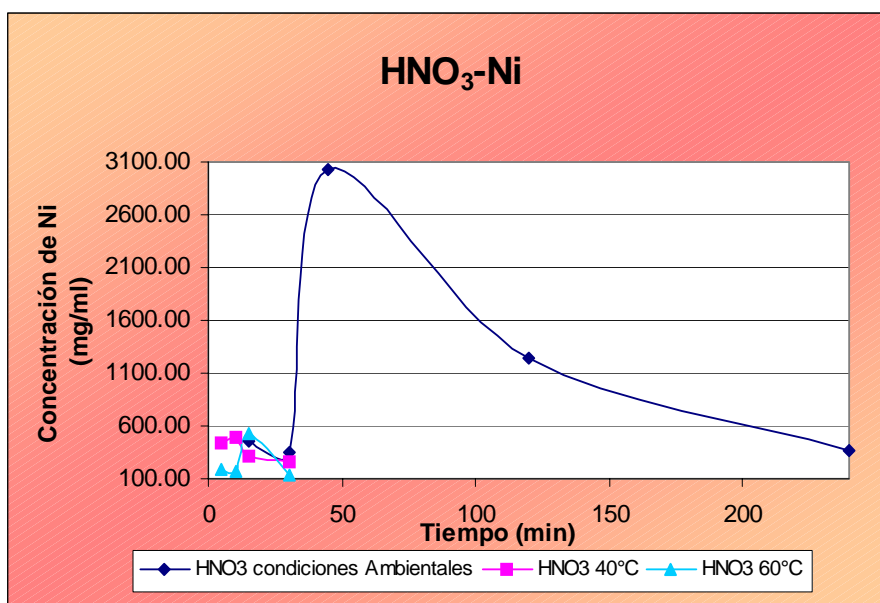


FIG. 4.6 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE Ni CONTRA TIEMPO PARA LAS REACCIONES CON HNO_3

La figura 4.6 muestra los resultados de las pruebas realizadas a las tres diferentes condiciones de temperatura; a temperatura ambiente la extracción con HNO_3 es más eficiente, esto se debe a que la reacción de HNO_3 -Ni es altamente exotérmica y al realizarse en baños de temperaturas de 40°C y de 60°C se está enfriando el medio de reacción, es decir perdiendo energía para llevarse a cabo.



Tabla III Resultados obtenidos en la reacción con HCl

	Tiempo (min)	Concentración (mg/ml)
HCl	15	211.88
	30	227.50
	45	298.13
	120	225.00
	240	415.63
40° HCl	5	331.25
	10	298.75
	15	353.75
	30	121.88
60° HCl	5	58.13
	10	104.38
	15	128.13
	30	275.00

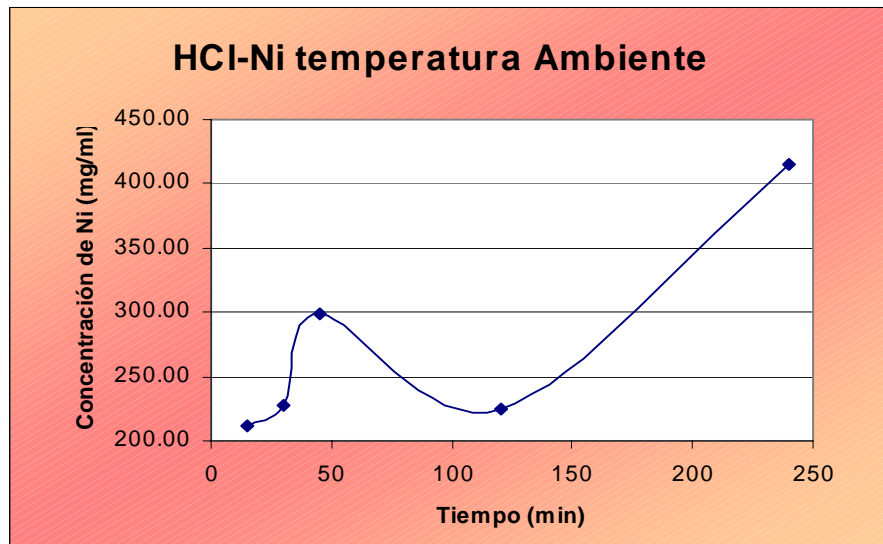


FIG. 4.7 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE Ni CONTRA TIEMPO PARA LA REACCIÓN CON HCl

En la figura 4.7 se muestra la concentración de Ni alcanzada en la reacción de HCl-Ni con respecto al tiempo, presentando el siguiente comportamiento: la concentración del níquel aumenta hasta un máximo posteriormente decrece debido a cristalización, es importante aclarar que en este punto para mantener el Ni en solución y poder ser cuantificado, se agregan cantidades conocidas de



ácido y la reacción se sigue llevando a cabo, lo cual se presenta como un comportamiento casi lineal en este segmento. Las concentraciones máximas alcanzadas son del orden de 400 mg/ml.

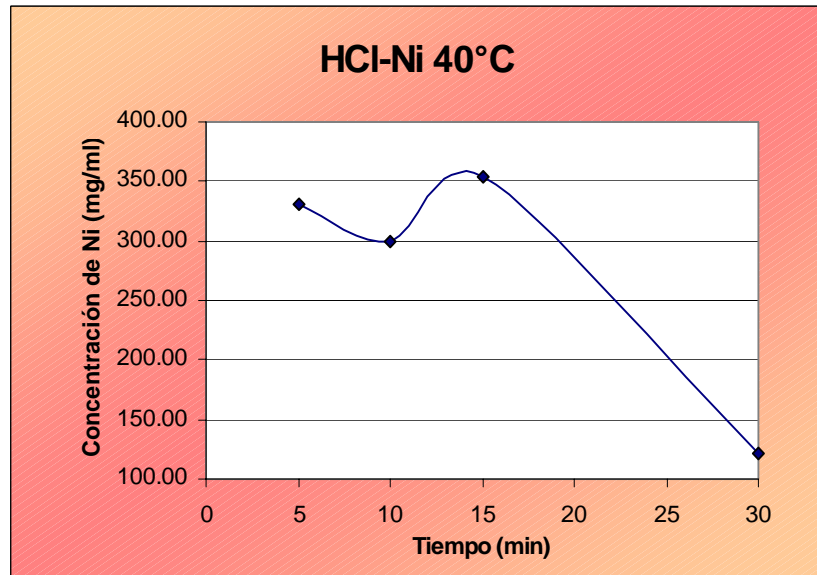


FIG. 4.8 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE Ni CONTRA TIEMPO PARA LA REACCIÓN CON HCl A 40°C

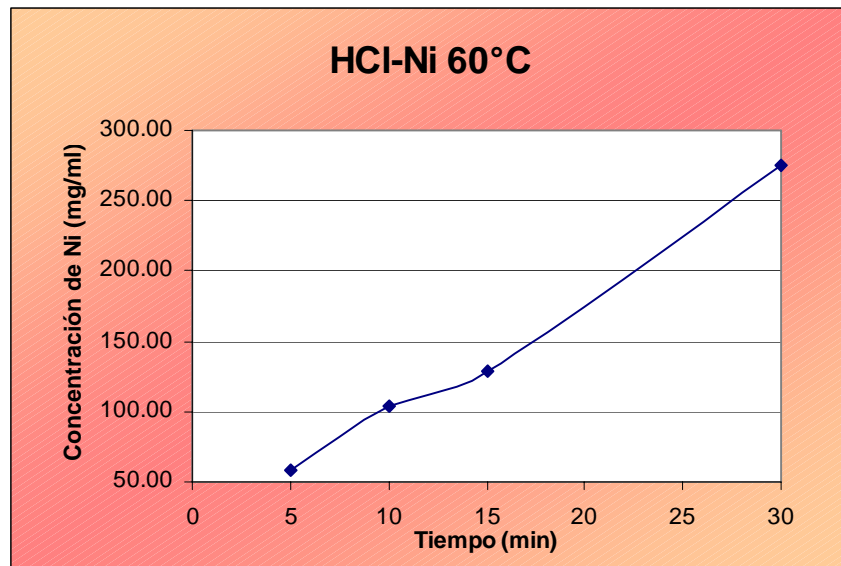


FIG. 4.9 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE Ni CONTRA TIEMPO PARA LA REACCIÓN CON HCl A 60°C



En las figuras 4.8 y 4.9 se observa el comportamiento de la reacción de HCl-Ni, en el experimento realizado en baño de 40°C al igual que el realizado a condiciones ambiente se presenta fenómeno de cristalización lo que hace que la concentración medible en dilución decaiga. Por otro lado en el experimento realizado en un baño a 60°C el fenómeno de cristalización es mucho menor y se observa un comportamiento con una tendencia lineal creciente.

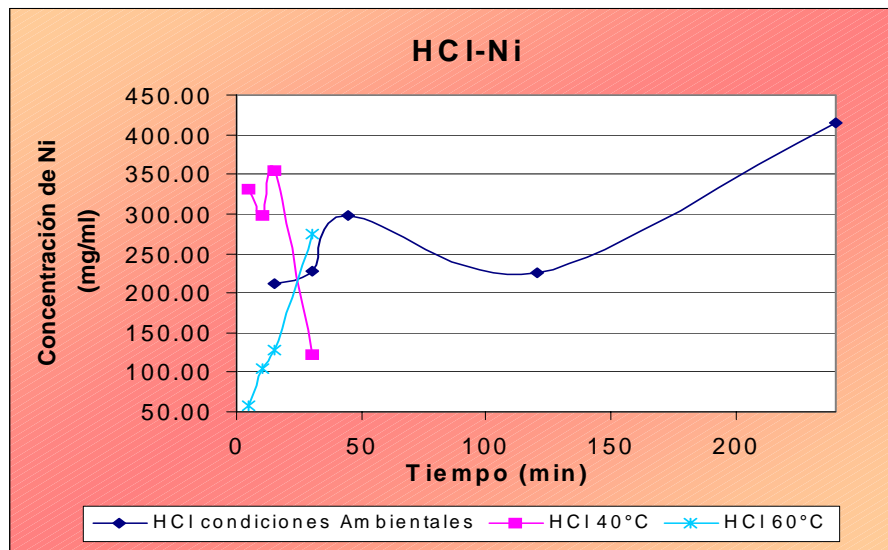


FIG. 4.10 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE Ni CONTRA TIEMPO PARA LAS REACCIONES CON HCL

En la figura 4.10 se comparan los resultados obtenidos en los experimentos realizados con HCl a las tres diferentes condiciones de temperatura, en estas reacciones se observa como la concentración máxima obtenida es del mismo orden aproximadamente a condiciones ambiente y a 40°C. Esta reacción al igual que $\text{HNO}_3 - \text{Ni}$ es exotérmica, y los baños de temperatura empleados representan ambientes fríos para la reacción. Por las ventajas que representa llevar a cabo la reacción a condiciones ambiente de temperatura se escoge esta condición como la mejor opción para realizar reacciones de extracción HCl-Ni.

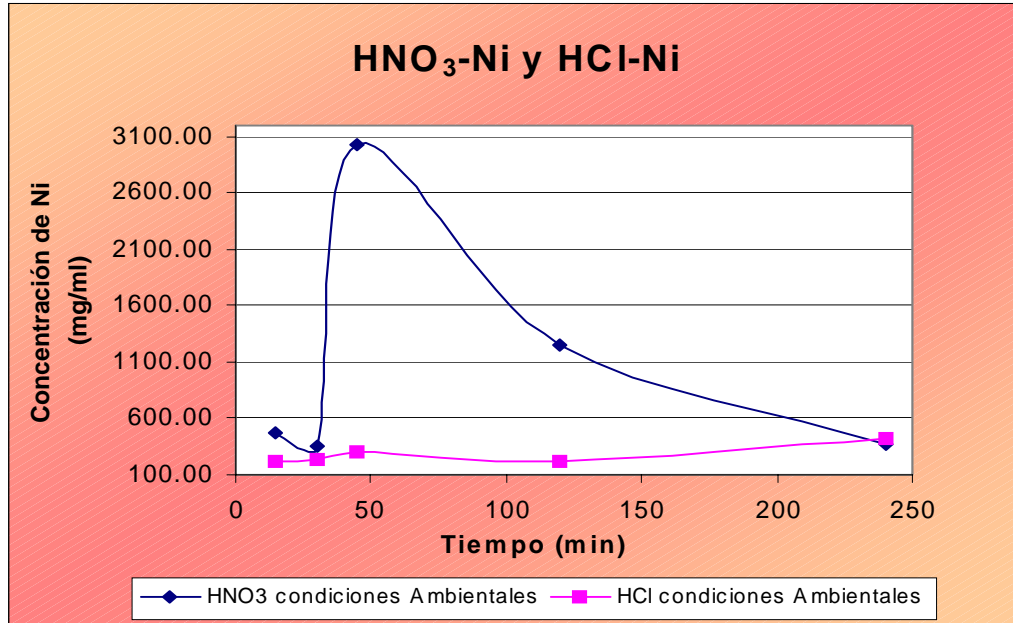


FIG. 4.11 CONCENTRACIÓN DE Ni CONTRA TIEMPO PARA LAS REACCIONES CON HCL Y HNO₃ MÁS CONVENIENTES

Por ultimo se comparan las dos mejores alternativas en extracción de níquel con ambos ácidos; en la figura 4.11 se observa que con HNO₃ se obtienen concentraciones mucho más altas, a tiempos cortos de reacción, conforme el tiempo pasa ambos ácidos alcanzan concentraciones equivalentes.

4.3.2 Extracción de Cd.

Tabla IV Resultados obtenidos en la reacción con HNO₃ para Cd

	Tiempo (min)	Concentración (mg/ml)
HNO ₃	15	1.21
	30	1.27
	45	0.91
	240	1.10
40° HNO ₃	5	18.99
	10	13.03
	15	14.19
	30	19.82
60° HNO ₃	5	45.71
	10	44.65
	15	46.15
	30	46.29

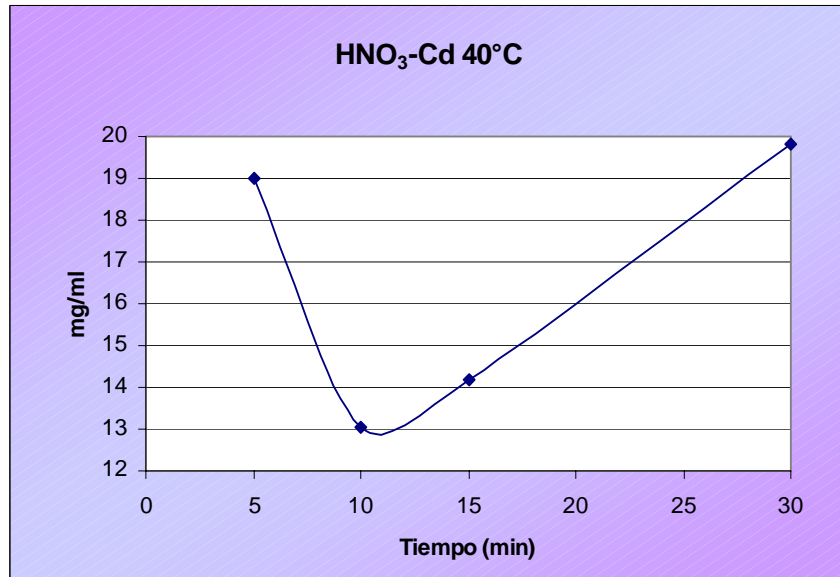


FIG. 4.12 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE Cd CONTRA TIEMPO PARA LA REACCIÓN CON HNO₃ A TEMPERATURA AMBIENTE

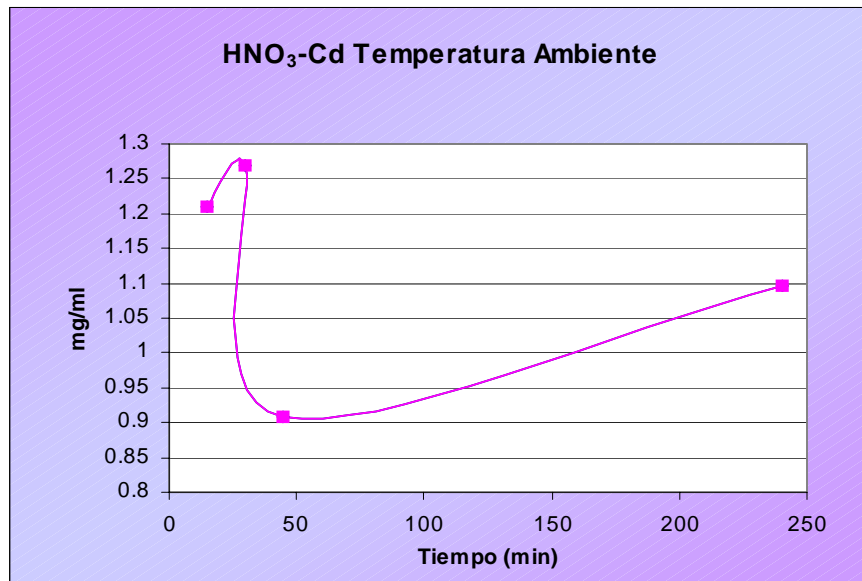


FIG. 4.13 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE Cd CONTRA TIEMPO PARA LA REACCIÓN CON HNO₃ A 40°C

En las graficas 4.12 y 4.13 se observa la variación de la concentración a medida que transcurre el tiempo en las reacciones de extracción de Cadmio



con HNO_3 , existe una diferencia muy grande entre los niveles máximos alcanzados en ambos experimentos, en el primer caso a temperatura ambiente se tiene una concentración máxima de 1.3mg/ml aproximadamente, en el segundo caso llevado a cabo en un baño de 40°C dicha concentración alcanza hasta 20mg/ml siendo casi quince veces mayor que la primera.

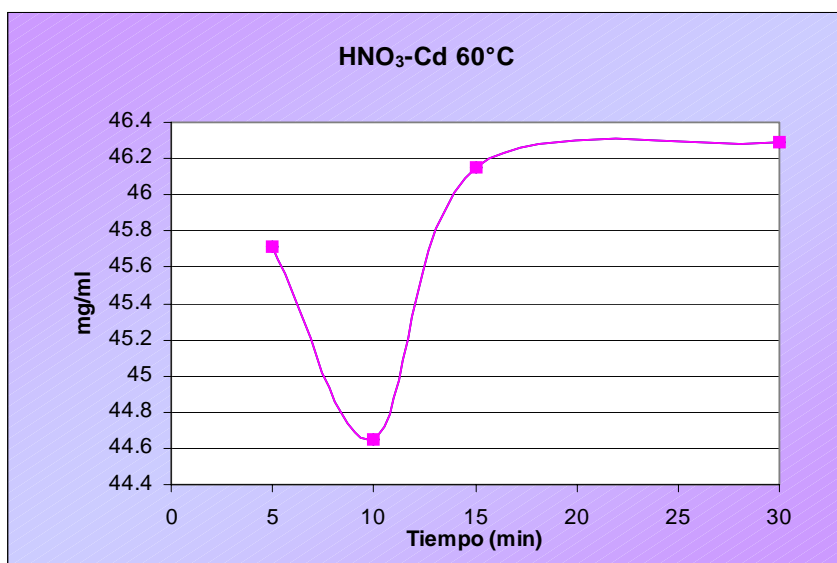


FIG. 4.14 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE Cd CONTRA TIEMPO PARA LA REACCIÓN CON HNO_3 A 60°C

En el experimento realizado a 60°C se tiene una concentración máxima alcanzada muy superior a la reportada en las otras dos condiciones de temperatura, aunque esta reacción al igual que la realizada con Ni, es exotérmica, a diferencia de aquella, ésta es más rápida y el llevarse a cabo en un ambiente más caliente ayuda a mantener una temperatura más alta que de lo contrario pierde rápidamente, por lo anterior se observa una concentración máxima de aproximadamente 46.4 mg/ml siendo 2.5 veces mayor que la alcanzada con un baño a 40°C .

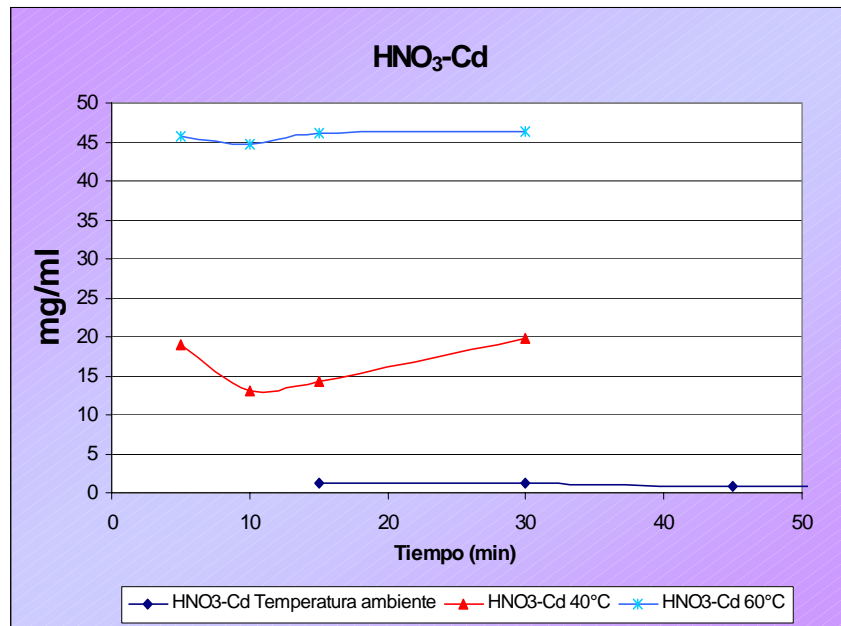


FIG. 4.15 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE Cd CONTRA TIEMPO PARA LAS REACCIONES CON HNO₃

La figura 4.15 se muestran las diferentes concentraciones alcanzadas en los tres experimentos realizados, es importante destacar el comportamiento similar que se obtuvo en los tres casos.

TABLA V. Resultados obtenidos en la reacción con HCl para Cd

	Tiempo (min)	Concentración (mg/ml)
HCl	15	0.72
	30	0.57
	45	0.46
	240	0.24
40° HCl	5	6.93
	10	7.67
	15	9.29
	30	11.67
60° HCl	5	42.51
	10	42.41
	15	41.62
	30	41.25

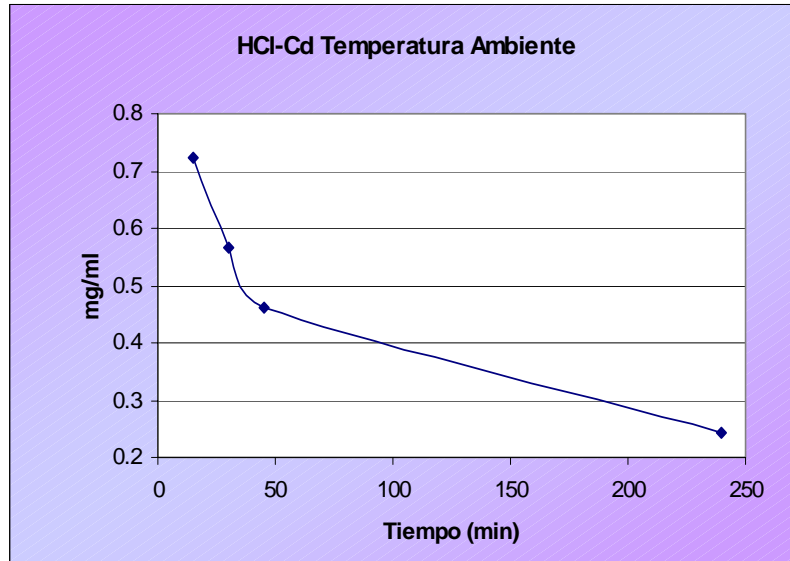


FIG. 4.16 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE Cd CONTRA TIEMPO PARA LA REACCIÓN CON HCl A TEMPERATURA AMBIENTE

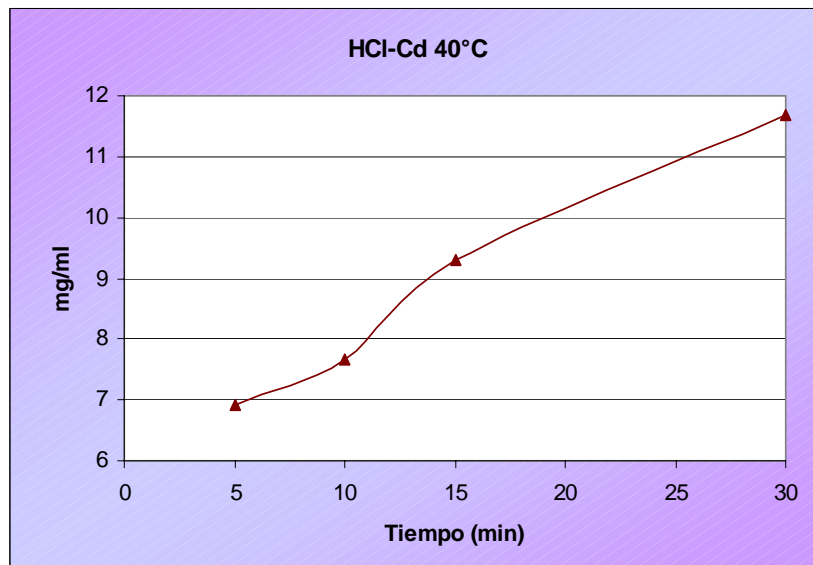


FIG. 4.17 GRÁFICA DE CONCENTRACIÓN DE Cd CONTRA TIEMPO PARA LA REACCIÓN CON HCl A 40°C



En las figuras 4.16 y 4.17 se muestran los resultados obtenidos a temperatura ambiente y en un baño a 40°C en las reacciones HCl-Cd, es evidente la gran diferencia de concentraciones máximas alcanzadas en cada caso, siendo la primera de 0.7mg/ml aproximadamente y el segundo caso de 12mg/ml siendo casi 17 veces mayor que el primero, además en el primer caso se presenta cristalización muy notoria.

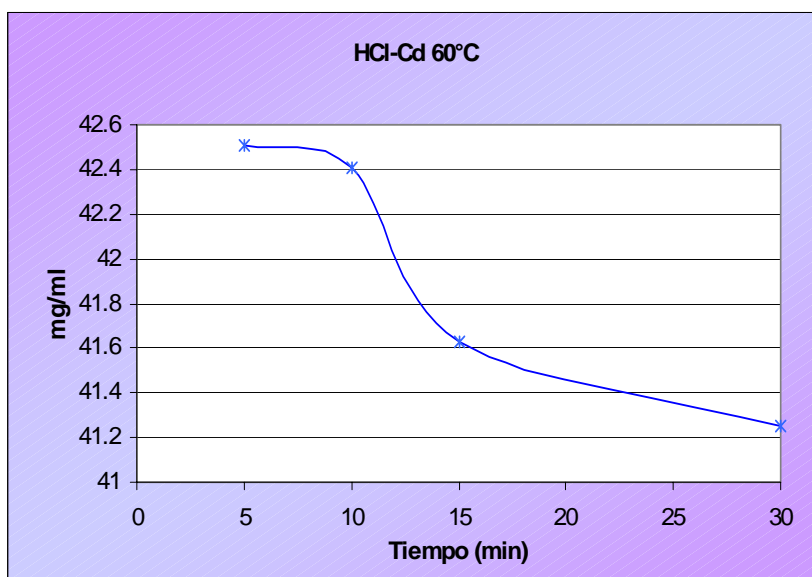


FIG. 4.18 GRAFICA DE CONCENTRACIÓN DE Cd CONTRA TIEMPO PARA LA REACCIÓN CON HCL A 60°C

En el experimento realizado en un baño de 60°C se obtuvieron concentraciones mucho más grandes que las obtenidas en los dos experimentos anteriores, como ya se discutió la reacción HCl-Cd es exotérmica y se presenta el mismo comportamiento que en las reacciones HNO₃-Ni. Las concentraciones máxima obtenida es de 42.6 mg/ml aproximadamente lo que supera casi 4 veces la concentración máxima alcanzada en los experimentos anteriores.

En la Figura 4.19 se muestra la comparación entre los resultados obtenidos en las tres pruebas realizadas. A la temperatura más alta se obtienen los mejores resultados, y al igual que en las reacciones HNO₃-Cd se concluye que las



mejores condiciones para llevar a cabo la reacción es a los 60°C.

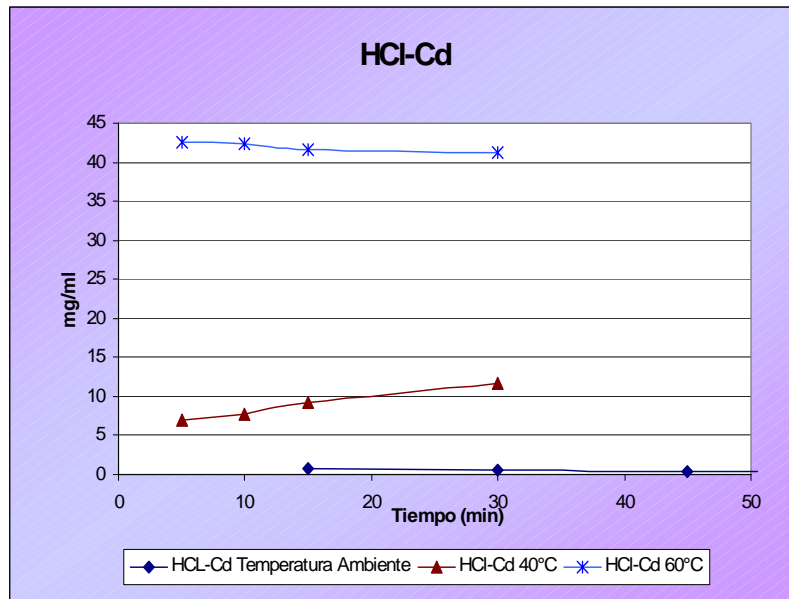


FIG. 4.19 GRAFICA DE CONCENTRACIÓN DE Cd CONTRA TIEMPO PARA LAS REACCIONES CON HCl

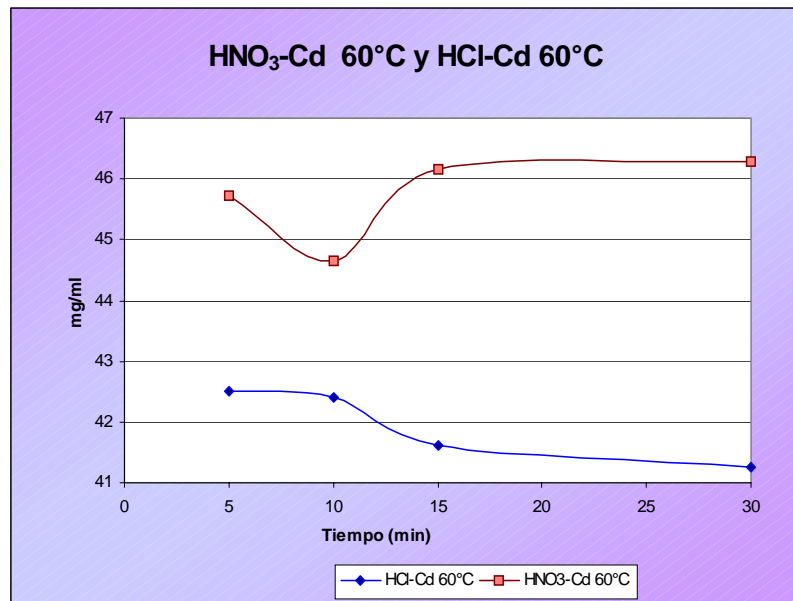


FIG. 4.20 CONCENTRACIÓN DE Cd CONTRA TIEMPO PARA LAS REACCIONES CON HCl Y HNO₃ MÁS CONVENIENTES



En la figura 4.20 se comparan las dos condiciones óptimas seleccionadas para los dos ácidos, los valores obtenidos las extracciones con HNO_3 son mayores que con HCl .

4.4 Medición de temperaturas de reacción.

Las mediciones de temperatura se realizaron, llevando a cabo la reacción con el ácido correspondiente para cada uno de los metales, en un tubo de ensaye, al que se aisló por medio de fibra de vidrio y unicel, con el fin de evitar pérdida del calor producido por reacción, se fueron registrando las temperaturas a medida que transcurría la reacción, obteniendo los siguientes resultados.

4.4.1 Extracción de Ni

Tabla VI. Resultados obtenidos en la reacción Ni- HNO_3

HNO ₃ - Ni					
Tiempo (min)	Temperatura °C	Tiempo (min)	Temperatura °C	Tiempo (min)	Temperatura °C
0.00	21	9.17	92	26.00	62
0.50	115	9.53	90.1	27.00	60
2.00	108	10.00	89	30.00	58
3.47	106	11.00	86	31.00	57
4.00	105	12.00	84	33.00	55
5.00	103	13.00	81	34.00	54.5
5.50	102	14.08	79	42.00	53
6.00	100	15.08	76.5	46.42	47
6.17	99	16.25	74.5	47.50	45
6.50	98	17.00	73.5	60.00	36.3
7.00	97	18.50	71	68.17	33
7.17	96	19.00	70.01	70.42	32
8.00	95	20.00	69	90.03	26
8.18	94	24.00	64	137.92	25
8.50	93.5	25.00	63	144.42	25



Tabla VII. Resultados obtenidos en la reacción Ni-HCl

Ni HCl	
Tiempo (min)	Temperatura °C
0.00	21
0.23	55
0.35	58
0.50	60
3.48	70
4.08	71
5.58	69
7.17	67
10.00	64
16.17	57
18.75	54
23.00	50
39.00	39
48.50	34
50.57	33
60.12	28
84.67	24
92.75	24

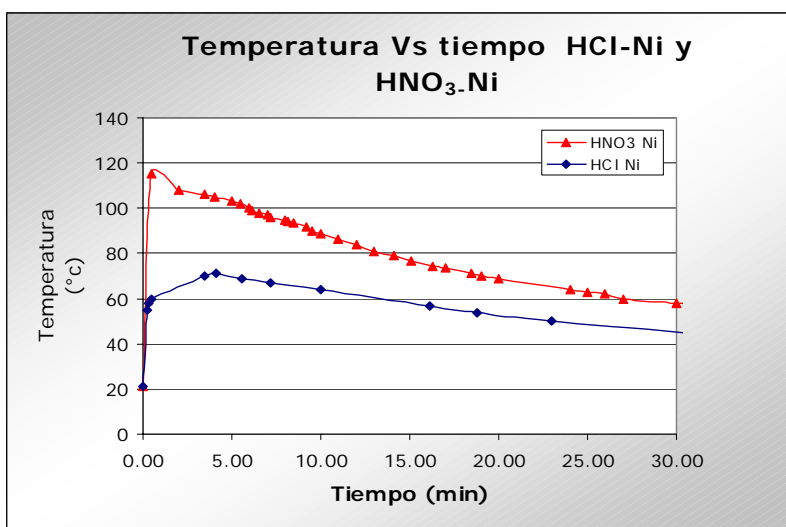


FIG. 4.21 TEMPERATURA CONTRA TIEMPO PARA REACCIONES HNO₃-NI Y HCL-NI



En la figura 4.21 se observa la temperatura máxima alcanzada en las reacciones de cada ácido reaccionando con níquel. Se alcanza más rápido la temperatura máxima con el HNO₃ y se tarda mucho más tiempo en regresar a la temperatura inicial, la diferencia en la temperatura alcanzada entre ambos ácidos es de aproximadamente 50°C.

4.4.2 Reacciones con Cd

Se realizó el mismo procedimiento que para el níquel, haciendo reaccionar el cadmio con cada uno de los ácidos, y midiendo los cambios de temperatura, en la reacción con cadmio se tiene un aumento de temperatura pero menor al que es posible tener con el níquel, en este caso también es con el ácido nítrico con el que se obtiene la temperatura más alta, llegando a ser de hasta 98°C.

TABLA VIII Resultados obtenidos en la reacción con HNO₃-Cd

Cd NHO ₃	
Tiempo (min)	Temperatura °C
0.00	21
0.92	90
0.92	98
1.73	97
2.68	96.5
3.28	94
5.72	90
8.78	82
10.48	76
15.62	65
20.62	56
26.37	49
37.60	38
41.12	36
49.12	31
55.70	28
78.48	23
116.62	21
123.78	21



TABLA IX Resultados obtenidos en la reacción HCL-CD

Cd HCl	
Tiempo (min)	Temperatura °C
0.00	20
0.08	67
0.67	68
2.08	66
2.58	65
3.95	63
5.58	61
6.67	59.9
7.75	58
10.42	54
14.58	48.5
17.17	46
21.42	41
37.42	30
47.00	26
48.67	25.5
58.37	22
83.25	20
91.15	20

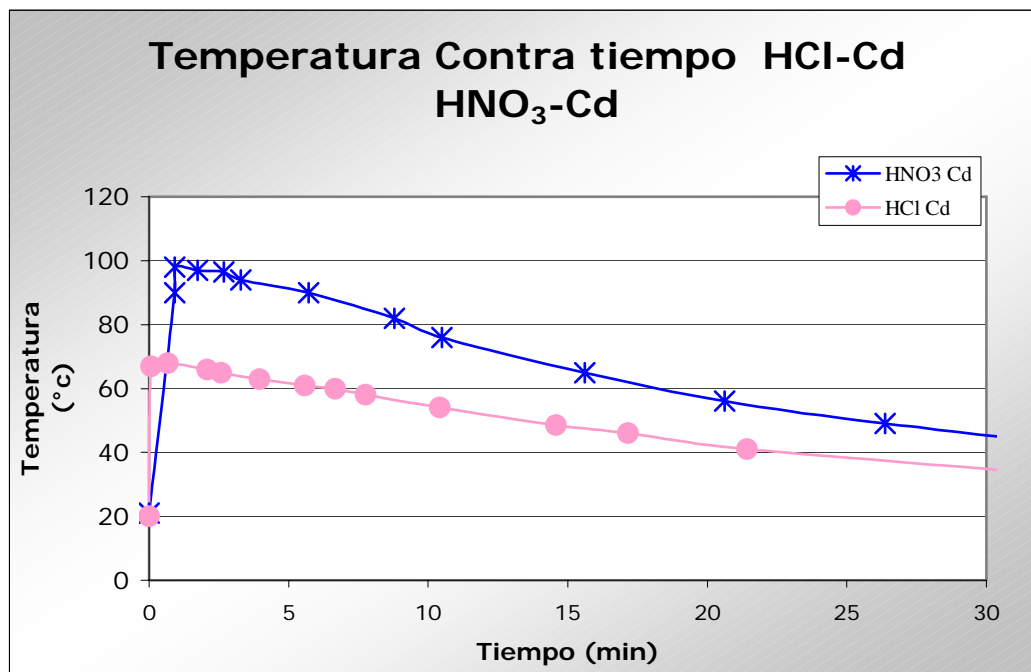


FIG. 4.22 TEMPERATURA VS TIEMPO PARA REACCIONES HNO3-CD Y HCL-CD



La figura 4.22 muestra que se obtiene una temperatura mayor y en menor tiempo en la reacción con HNO_3 , la diferencia entre las temperaturas máximas alcanzadas en estas reacciones es de aproximadamente de 30°C . En las figuras 4.23 y 4.24 se muestra la relación entre la concentración y la temperatura con respecto al tiempo.

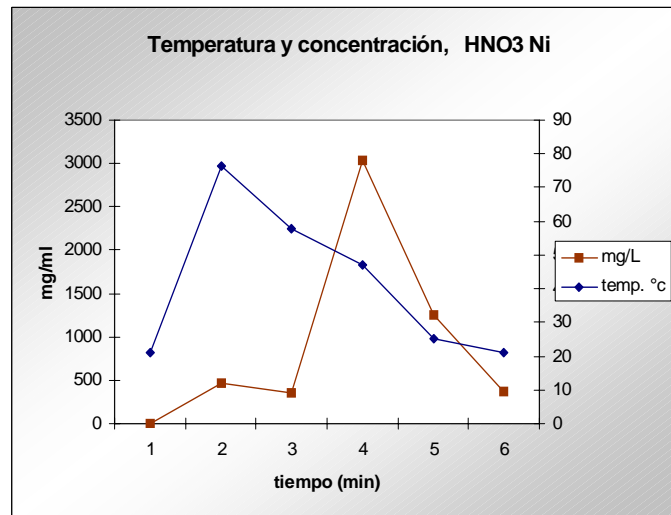


FIG. 4.23 TEMPERATURA Y CONCENTRACIÓN VS TIEMPO PARA REACCIONES $\text{HNO}_3\text{-Ni}$

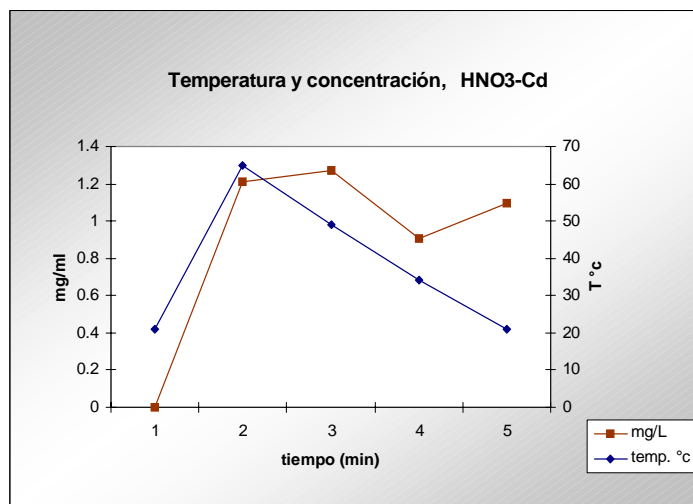


FIG. 4.24 TEMPERATURA Y CONCENTRACIÓN CONTRA TIEMPO PARA REACCIONES HNO_3
Cd



4.5 Eficiencia de Obtención de Metal en Pilas.

Se Realizaron mediciones a fin de determinar cuanto metal objetivo se puede obtener por cada pila. En la siguiente tabla se muestran los porcentajes de obtención de Metal de Interés (Níquel y Cadmio) por peso de muestra¹, interior de pila² y pila. En los casos que ya se identificaron como los óptimos por extraer mayor cantidad de metal, es decir las reacciones de HNO₃ con Ni HNO₃ con Cd a 60°C, y son también estos casos en los que se obtiene más metal por muestra, interior y por pila.

TABLA X Porcentaje de Metales por muestra de pila en cada experimento.

Experimento	Metal	% Metal en muestra	% Metal extraídos en interior	% Metal extraídos en pila
HNO₃	Níquel	97.16	42.38	32.86
40°C HNO ₃	Níquel	86.62	35.71	27.69
60°C HNO ₃	Níquel	38.23	12.02	9.32
HCL	Níquel	63.27	25.89	19.96
40°C HCL	Níquel	34.82	14.02	10.81
60° c HCL	Níquel	37.54	12.66	9.76
HNO ₃	Cadmio	0.25	0.13	0.10
40°C HNO ₃	Cadmio	9.57	4.56	1.73
60°C HNO₃	Cadmio	28.03	10.65	4.05
HCL	Cadmio	0.10	0.05	0.04
40°C HCL	Cadmio	9.57	4.56	1.73
60° c HCL	Cadmio	13.89	7.79	2.93

¹ Muestra: es la parte de metal contenida en la placa que en su mayor parte esta compuesta ya sea de Níquel únicamente o de Cadmio, y desmontada de la base metálica.

² Interior de Pila: parte interna de la pila compuesta por las dos placas de cátodo y ánodo más el separador



Los resultados mostrados en la tabla 4.7 se obtuvieron pesando cada pila usada, así como registrando los pesos de cada uno de los componentes de interés de las pilas empleadas. Los porcentajes obtenidos se tomaron de las muestras al tiempo máximo determinado, es decir aproximándose al equilibrio, que en algunos casos coincide como se muestra en las graficas de experimentación con HNO₃ y HCl con la concentración máxima posible.

4.6 Determinación Cruzada.

Hasta el momento se ha mencionado que cada una de las placas que forman el interior de una pila (ánodo y cátodo) están compuestas en su mayoría por Cadmio y Níquel respectivamente, para comprobar lo anterior y el justificar el trato que se ha dado a cada componente de las pilas, se realizó el experimento siguiente, el cual consistió en hacer determinación cruzada de los metales que componen estas baterías, es decir a la parte que consideramos que en su mayor parte esta compuesta de Cd determinamos concentraciones de Ni y viceversa obteniendo los siguientes resultados.

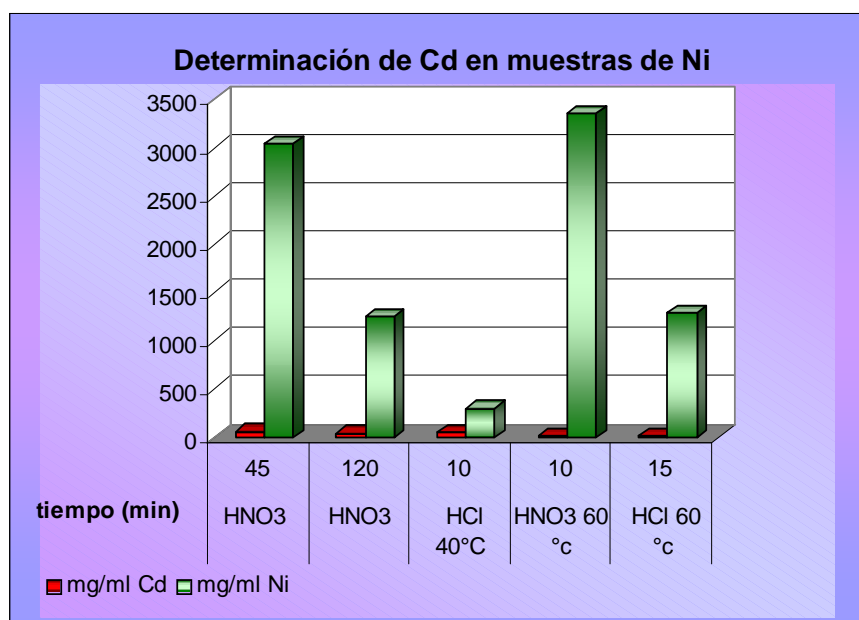


FIG 4.22 GRAFICA DE CONCENTRACIÓN DE Cd EN DIFERENTES MUESTRAS DE Ni.



TABLA XI Determinación de Cd en muestras de Ni

	tiempo (min)	mg/ml Cd	mg/ml Ni	% de Cd en Ni
HNO ₃	45	61.36	3035.71	2.02
HNO ₃	120	43.44	1250.00	3.48
HCl 40°C	10	49.05	298.75	16.42
HNO ₃ 60 °c	10	16.31	3350.00	0.49
HCl 60 °c	15	7.76	1281.25	0.61

Tabla XII Determinación de Ni en muestras de Cd

	tiempo (min)	mg/ml Cd	mg/ml Ni	% de Cd en Ni
HNO ₃	45	61.36	3035.71	2.02
HNO ₃	120	43.44	1250.00	3.48
HCl 40°C	10	49.05	298.75	16.42
HNO ₃ 60 °c	10	16.31	3350.00	0.49
HCl 60 °c	15	7.76	1281.25	0.61

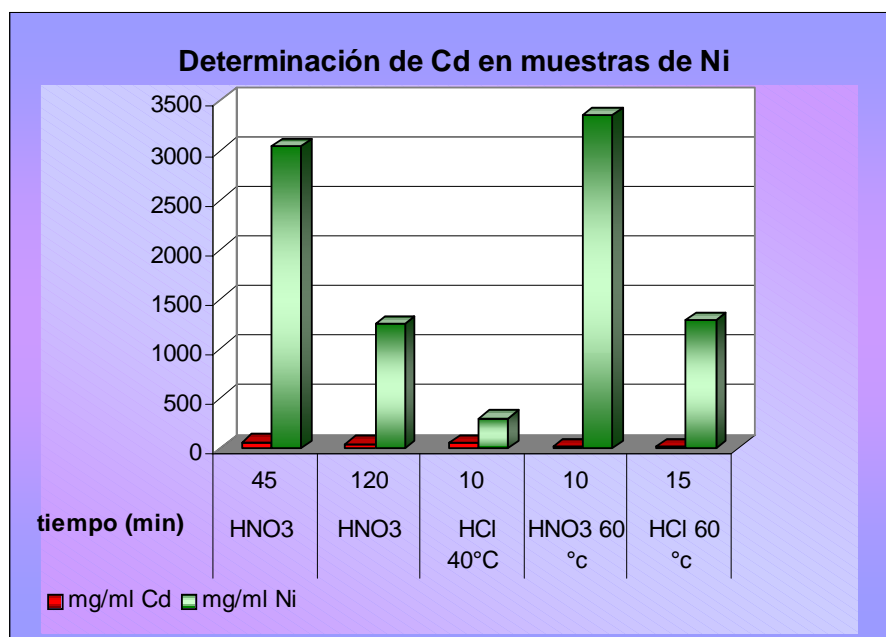


FIG 4.23 GRAFICA DE CONCENTRACIÓN DE N EN DIFERENTES MUESTRAS DE Cd.



4.7 Métodos de Purificación de Metales.

Los métodos de purificación se llevaron a cabo después de establecer las condiciones óptimas para extraer el Níquel, debido a que estas son proporcionadas con la extracción con HNO_3 a condiciones ambiente de temperatura, son estas muestras las que se usaron para aplicar los siguientes métodos de purificación:

- Precipitación con cambio de pH,
- Evaporación, e
- Intercambio iónico.

4.7.1 Cambio de pH.

Se agregaron a las muestras del extracto de los metales, dos diferentes compuestos básicos para compararlos entre ellos y contra sí mismos $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y NaOH , se sabe que a medida que aumenta el pH de la solución ácida en que se encuentra el Ni, éste irá precipitando en forma de $\text{Ni}(\text{OH})_2$. Los resultados se muestran en la Tabla XIII con una solución de NaOH 1N

TABLA XIII Cambio de pH con solución NaOH 1N.

NaOH			
ml de $\text{Na}(\text{OH})$ 1N agregado	No. de equivalentes químicos	ph	Concentración de Ni mg/ml
0	0	1	457.50
96	0.096	8	421.88
103	0.103	8.5	420.63
105	0.105	9.1	415.63
106.7	0.1067	10	325.00
107	0.107	10.5	160.63
108.5	0.1085	11	86.25



En la figura 4.24 tenemos que a medida que cambia el pH la concentración del níquel en solución disminuye considerablemente alcanzando a ser hacia el final de la prueba es decir pH=11, cinco punto tres veces menor que en la solución original, alcanzando una eficiencia máxima de precipitación del 81 %.

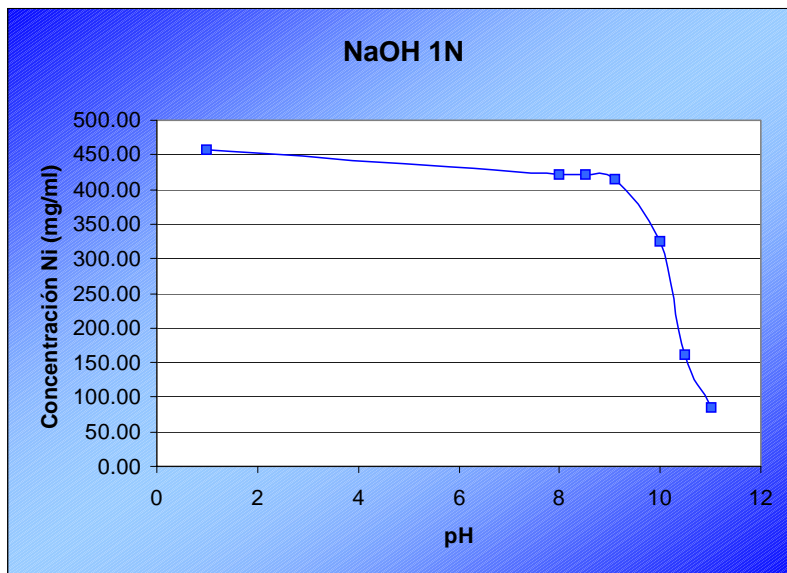


FIG. 4.24 CONCENTRACIÓN DE NI VS PH CON NAOH 1N

TABLA XIV Cambio de pH con solución Ca(OH)₂ 2N

Ca(OH) ₂			
ml de Ca(OH) ₂ 2N agregado	# de equi- valentes	ph	Concentración mg/ml
0	0	1	457.50
8.6	0.0172	8	48.86
9.3	0.0186	9.2	48.30
9.5	0.019	9.6	48.00
9.8	0.0196	10.2	37.50
9.9	0.0198	10.5	33.67
10.2	0.0204	11	32.00



En la figura 4.25 se muestra el cambio de concentración con respecto al pH cuando se agrega como solución alcalina Ca(OH)_2 2 N. en este caso se alcanza una eficiencia de precipitación final de aproximadamente 93%

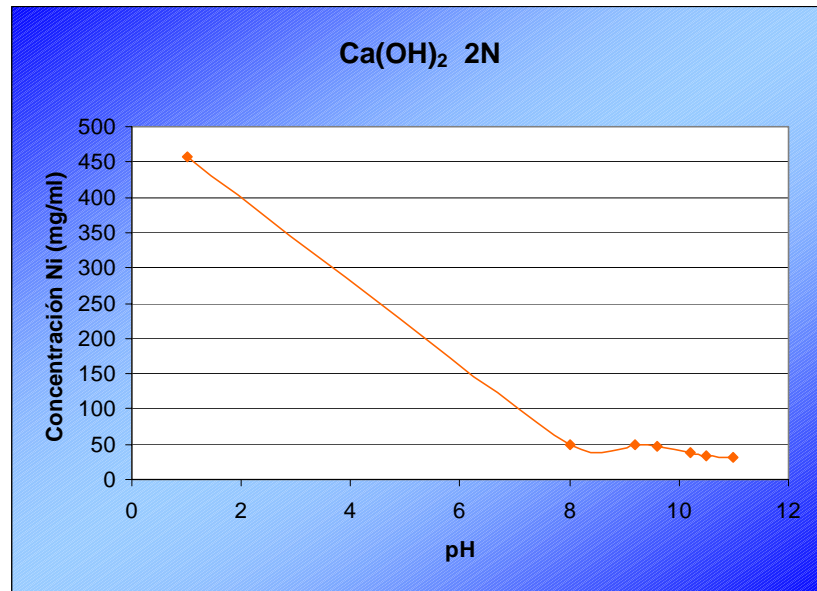


FIG. 4.25 CONCENTRACIÓN DE NI CONTRA PH CON Ca(OH)_2 2N

En las figuras 4.26 y 4.27 se muestran comparaciones entre las dos soluciones utilizadas, por un lado en cuanto a concentraciones alcanzadas; en lo que a esto se refiere con la solución de Ca(OH)_2 se alcanzan concentraciones de hasta 32mg/ml partiendo de una concentración original de 457 mg/ml, por otro lado cuando comparamos la cantidad de equivalentes molares requeridos para alcanzar en ambos casos un pH de 11, encontramos que con la solución de Ca(OH)_2 se necesita menor cantidad de equivalentes y por lo tanto de volumen incluso cuando se trate de soluciones de normalidad similar.

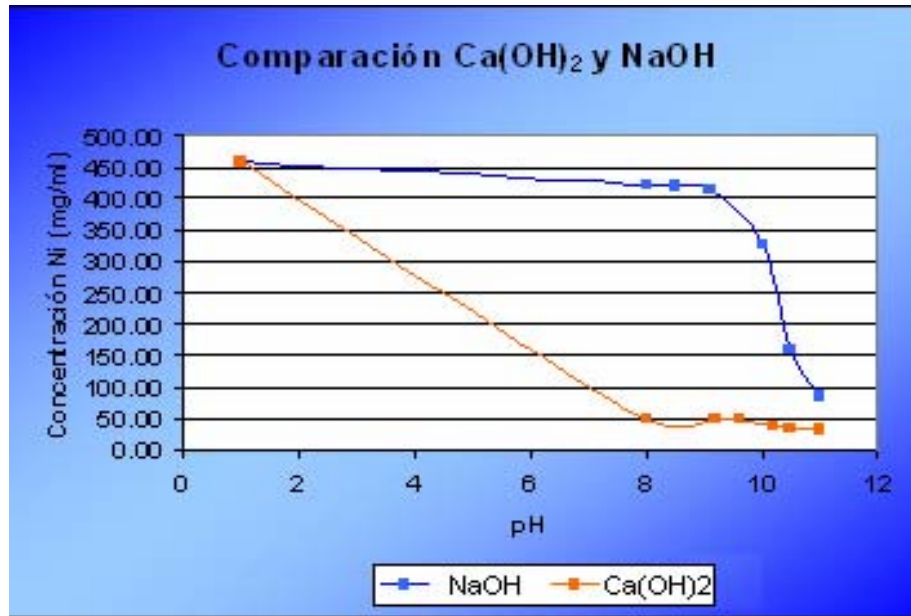


FIG. 4.26 CONCENTRACIÓN DE Ni CON NaOH 1N Y $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 2N CONTRA pH

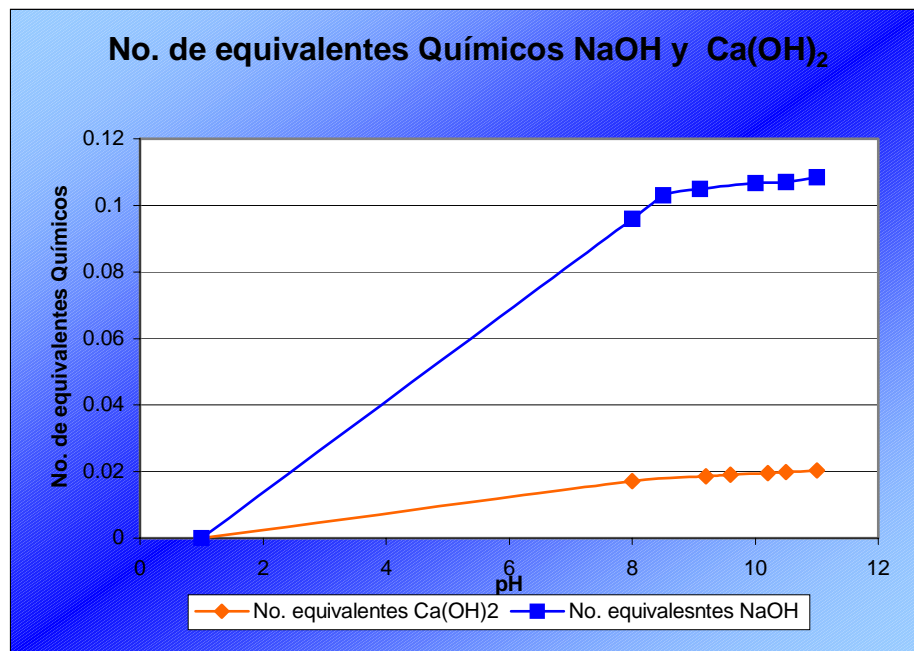


FIG. 4.27 No. DE EQUIVALENTES QUÍMICOS DE CON NaOH 1N Y $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 2N CONTRA pH



4.7.2 Evaporación y Calcinación.

Otro método de purificación propuesto es el de Evaporación, por medio de éste se pretende recuperar la sal existente, en este caso $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ mediante la eliminación del líquido presente, este proceso se lleva a cabo calentando la solución hasta lograr la evaporación, lo anterior en una estufa a una temperatura de 80°C . El proceso tomó 24 hrs. Posteriormente el residuo evaporado obtenido se calcinó durante 1 hr en una mufla a 550°C .

A continuación se muestran los resultados.

TABLA XV Resultados después de evaporación y calcinación

Componente	%	g
Humedad	51.99	1.2910
Sólidos totales (ST)	48.01	1.3981
Sólidos fijos (SF)	24.54	0.9251
Sólidos volátiles (SV)	23.49	0.473

4.7.3 Intercambio Iónico.

Otro método de purificación de metal es el de intercambio iónico, este es un proceso en el que la solución que contiene el metal se hace pasar a través de una resina en este caso resina amberlite catiónica fuerte que atrapa los iones, los resultados se muestran en la tabla XVI.



TABLA XVI Resultados de experimento de intercambio iónico

g de Resina agregado	ml de Resina agregados	Concentración mg/ml de Ni	Concentración mg/ml al equilibrio de Ni
0	0.0000	25.63	25.63
0.5002	0.6122	20.63	17.64
1.0002	1.2242	15.94	13.63
1.5302	1.8729	13.13	11.23
2.5487	3.1196	4.06	3.48
3.0587	3.7438	6.46	5.53
Eficiencia %			78.44

Los datos obtenidos de las mediciones de este método de purificación, son aplicables para desarrollar posteriormente un proceso de recuperación y purificación del metal.

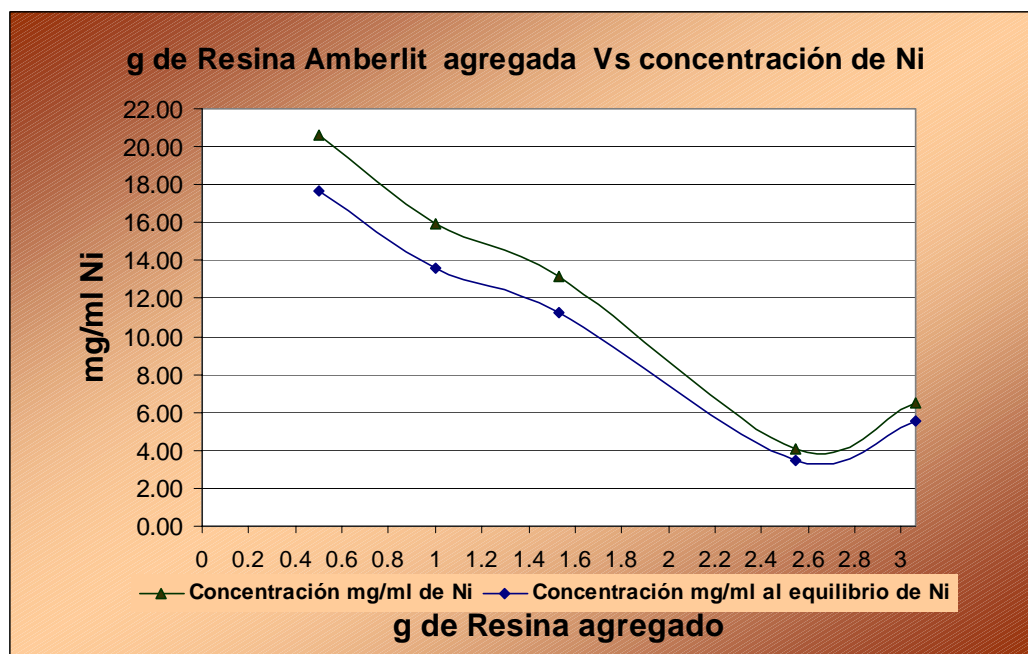


FIG. 4.29 CONCENTRACIÓN DE NI VS CANTIDAD DE RESINA AGREGADA.

En la figura 4.29 se muestran las concentraciones de níquel a medida que se va agregando resina, este proceso se realizó en tipo batch, teniendo una



solución de concentración conocida, y agregando resina, registrando el peso de la resina agregada. La toma de muestras se hizo después de tres minutos de haber agregado la resina, en el último punto se hizo después de tres minutos y a las 24hrs, este último dato se toma como la concentración al equilibrio, es decir cuando ya se absorbió el máximo de iones. Con la medición al equilibrio y la diferencia de la medición a los 3 min se extrapola y se obtiene una curva completa al equilibrio, que tiene una eficiencia más alta que la de toma de muestras a un tiempo pequeño.