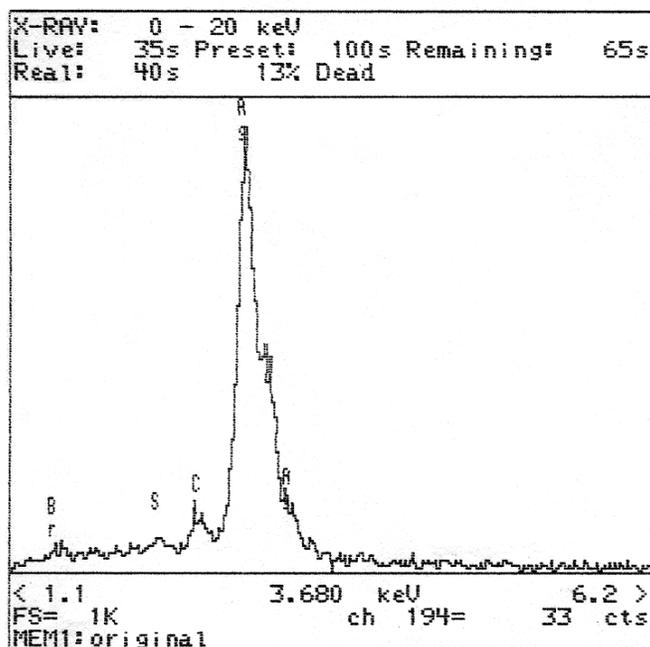


### III.4. RECUPERACIÓN DE LA PLATA DE PLACAS RADIOGRÁFICAS

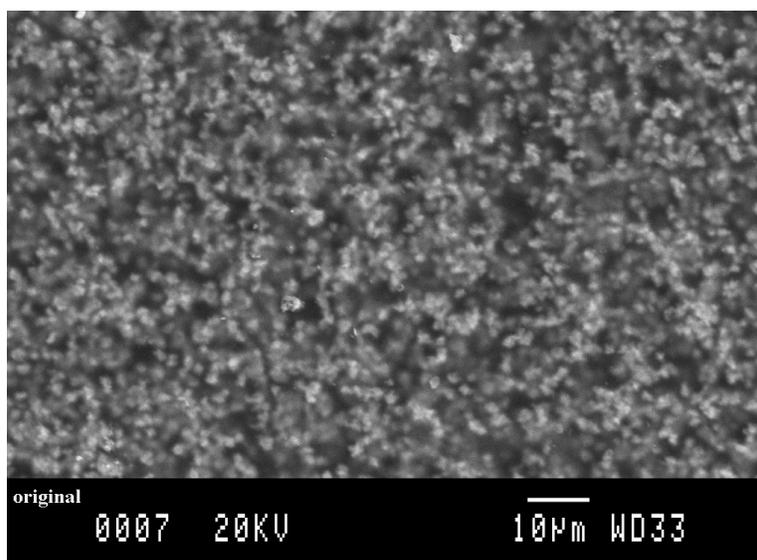
Se trabajó con placas radiográficas reveladas, consistentes en un soporte de poliéster y una emulsión de plata finamente dividida en gelatina. Estas placas presentaban un contenido medio en plata, nada despreciable, del 2.6% (rango del 2.4-2.8%), siendo el contenido por unidad de superficie de placa de  $7\text{g/m}^2$ . Para facilitar su manipulación y ataque, se recortaron en fragmentos de  $0.5\text{-}1\text{cm}^2$ .

#### III.4.1. Caracterización de las placas radiográficas

Las placas se caracterizaron por SEM y EDS. Su EDS (figura 91) confirmó la presencia de plata, detectándose también pequeñas cantidades de Cl, Br y S. El Cl y el Br proceden de trazas de haluros de la placa original (sin revelar). El S tiene su origen en trazas de sulfuros de plata, puesto que la plata al estar finamente dividida reacciona fácilmente con trazas de componentes de azufre presentes en la atmósfera. En la figura 92 pueden observarse las finas partículas de plata ( $\approx 1\mu\text{m}$ ) recubiertas por una capa gelatinosa.



*Figura 91.* EDS de una placa radiográfica revelada



*Figura 92.* Imagen general de una placa radiográfica (SE)

### III.4.2. Resultados de lixiviación

Puesto que las placas radiográficas, aparte de la plata, no contenían otros metales, el estudio de lixiviación se centró en la etapa 2 del proceso general METALOZON<sup>®</sup> (figura 18): lixiviación con ozono en un medio de ácido sulfúrico diluido.

#### 1. Efecto de la densidad de pulpa

Para el estudio del efecto de la masa de radiografías/volumen de reacción sobre la velocidad de extracción de la plata con ozono se trabajó con diferentes cantidades de recortes de una misma placa radiográfica. El estudio se realizó con las siguientes densidades de pulpa: 18 g placas/L, 9g placas/L y 4.5g placas/L. Las condiciones experimentales para los respectivos experimentos fueron:

Masas de placas radiográficas empleadas: 9, 4.5 y 2.2g

Volumen de solución: 500 cm<sup>3</sup>

Temperatura: 24±1°C

[H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>]: 0.25M

Caudal de gases: 21.5 L/h

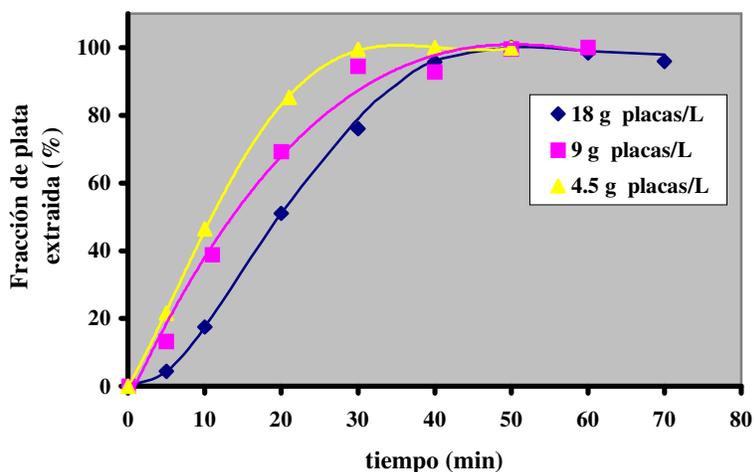
P<sub>O<sub>3</sub></sub>: 0.049 atm; P<sub>O<sub>2</sub></sub>: 0.95 atm

Velocidad agitación: 700 min<sup>-1</sup>

Los resultados obtenidos de las lixiviaciones realizadas para los tres tipos de densidades se muestran en la tabla 48 y aparecen representados en las figuras 93 y 94.

**Tabla 48.** Efecto de la densidad de pulpa sobre la velocidad de extracción de la plata

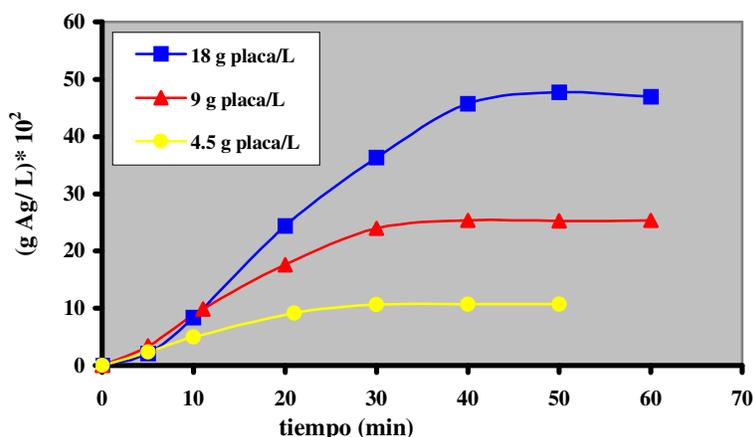
tiempo (min)	(18g placa/L)		(9g placa/L)		(4.5g placa/L)	
	(gAg/L)*10 <sup>2</sup>	% Ag	(gAg/L)*10 <sup>2</sup>	%Ag	(gAg/L)*10 <sup>2</sup>	% Ag
0	0	0	0	0	0	0
5	2.12	4.44	3.36	13.2	2.33	21.7
10	8.32	17.4			4.98	46.4
11			9.86	38.9		
20	24.4	51.1	17.6	69.2		
21					9.14	85.3
30	36.3	76.1	24.0	94.4	10.7	99.4
40	45.7	95.8	25.4	92.8	10.7	100
50	47.7	100	25.3	99.5	10.7	99.8
60		98.3	25.4	100		



**Figura 93.** Efecto de la densidad de pulpa en la velocidad de extracción de la plata

Parece existir un cierto efecto de la densidad de pulpa sobre la velocidad de extracción de la plata, siendo ésta superior para pequeñas densidades de pulpa. Por tanto, cuando se trabaja con pequeñas densidades de pulpa, la extracción se completa a tiempos más bajos que cuando se opera con relaciones superiores de masa de placas/volumen de solución. En el caso de 4.4g placas/L la extracción de la plata se completa en 30 minutos, para 18g placas/L la velocidad de extracción es inferior, siendo el tiempo de tratamiento de 40 minutos.

Sin embargo, el incremento de la densidad de pulpa comporta un aumento de la velocidad de producción de la plata, tal como muestra la figura 94. Este hecho es consistente con una transferencia gas-líquida del ozono rápida, siendo el transporte de ozono en la interfase sólido-líquido la etapa de control. De manera que será favorable operar a la máxima densidad de pulpa, siempre que asegure una separación suficiente de las placas en el reactor.



**Figura 94.** Efecto de la densidad de pulpa en la velocidad de producción de Ag

## 2. Efecto de la presión parcial de ozono

Como en el caso de la cinética de lixiviación de una lámina de plata pura y con el objetivo de confirmar el control por transporte de la reacción, se estudió el efecto de la presión parcial en la lixiviación con ozono de la plata contenida en las placas radiográficas. Se trabajó a dos presiones parciales de ozono extremas y se operó en las siguientes condiciones:

Masa de placa radiográficas: 4.8 g (densidad de pulpa 9.6 g/L)

Volumen de solución: 500 cm<sup>3</sup>

Temperatura: 24±1°

[H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>]: 0.25M

Caudal de gases: 21.5 L/h

P<sub>O<sub>3</sub></sub>: 0.049 atm y 0.026 atm

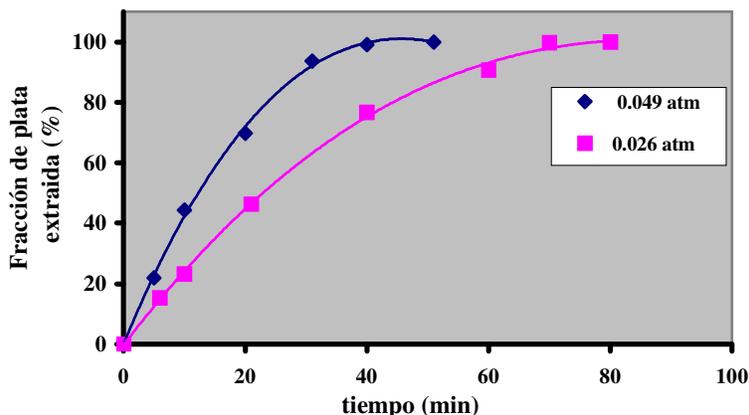
P<sub>O<sub>2</sub></sub>: 0.95atm y 0.97 atm

Velocidad agitación: 900 min<sup>-1</sup>

En la tabla 49 y figura 95 se muestran las extracciones de la plata obtenidas a distintos tiempos para ambas presiones

**Tabla 49.** Efecto de la presión parcial de ozono en la velocidad de extracción de la plata

tiempo (min)	% Ag extraída	
	0.049 atm	0.026 atm
0	0	0
5	22.0	
6		15.3
10	44.4	23.2
20	69.8	
21		46.4
31	93.7	
40	99.2	76.8
51	100	
60		90.7
70		99.7
80		100



**Figura 95.** Efecto de la presión parcial de ozono en la velocidad de extracción de la plata

La velocidad de extracción de la plata decrece al disminuir la presión parcial de ozono en el gas. Para la presión parcial de ozono de 0.049 atm la extracción completa de la plata presente en las placas radiográficas se completa en 40 minutos, mientras que trabajando con la misma densidad de pulpa pero inyectando a la solución un gas de 2.6% de  $O_3$  en volumen, el tiempo de reacción aumenta a 70 minutos.

Este comportamiento es consistente con un control por transporte de ozono en el líquido, puesto que el aumento de presión parcial de ozono y, en consecuencia, de la concentración de ozono disuelta en el medio de reacción, hace aumentar proporcionalmente la velocidad de extracción de la plata. Si se pretende un consumo energético menor, el proceso puede llevarse a cabo satisfactoriamente a concentraciones diluidas de ozono, aunque, eso sí, con un aumento del tiempo de residencia.

### 3. Consumo de ozono

Se determinó el consumo de ozono durante la lixiviación de las placas radiográficas con  $O_3/O_2/H_2SO_4$ , a partir de la diferencia entre la cantidad de ozono inyectada y la cantidad no reaccionada que salía del reactor. El consumo de ozono se comparó con la cantidad de plata lixiviada en el mismo intervalo. Las condiciones de trabajo fueron:

Masa de placa radiográficas: 12.6 g

Volumen de solución: 300 cm<sup>3</sup>

Temperatura: 24±1°C

[H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>]: 0.25M

Caudal de gases: 21.5 L/h

P<sub>O<sub>3</sub></sub>: 0.026 atm; P<sub>O<sub>2</sub></sub>: 0.97 atm

Velocidad agitación: 400 min<sup>-1</sup>

En la tabla 50, se muestra el consumo total de ozono y los gramos de plata extraídos, durante los 75 minutos que duró el proceso de lixiviación con ozono.

**Tabla 50.** Relación de consumo de ozono y gramos de plata lixiviados.

tiempo (min)	O <sub>3</sub> inyectado (g)	O <sub>3</sub> residual (g)	O <sub>3</sub> (consumido)(g)	Ag lixiviada (g)
75	1.37	1.11	0.26	0.27
O <sub>3</sub> consumido / Ag lixiviada: 0.96 gO <sub>3</sub> /gAg				

Si se compara el consumo de ozono con la estequiometría obtenida para la lixiviación de la plata con ozono:



El consumo de ozono de las placas radiográficas es de aproximadamente el doble del consumo estequiométrico de la plata (0.45g O<sub>3</sub>/g Ag). Ello se debería a que parte del ozono se consume en el ataque parcial de la gelatina de la emulsión de las partículas de plata. Sin embargo, asumiendo un precio para el ozono de 1•/kg, el consumo de ozono es inferior al 1 % del valor de la plata lixiviada.

#### 4. Recirculación de la solución de lixiviación

La recuperación de la plata eliminada de la placa puede efectuarse a partir de la solución final de  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ . Para que la recuperación sea efectiva esta solución debe recircularse varias veces a la etapa de lixiviación con el fin de aumentar la concentración de plata en solución. En la tabla 51, se dan las concentraciones obtenidas de plata después de una lixiviación inicial y tres recirculaciones consecutivas en las siguientes condiciones:

Masa de placa radiográficas: 19.3g, 18.2g, 17.9g y 22.6g

Volumen de solución:  $500 \text{ cm}^3$

Temperatura:  $24 \pm 1^\circ\text{C}$

$[\text{H}_2\text{SO}_4]$ : 0.25M

Caudal de gases: 21.5 L/h

$\text{P}_{\text{O}_3}$ : 0.049 atm;  $\text{P}_{\text{O}_2}$ : 0.95 atm

Velocidad agitación:  $900 \text{ min}^{-1}$

Como muestran los datos experimentales, es posible alcanzar concentraciones de plata superiores a 3.5 g/L, condiciones en las que se favorece la recuperación de la plata por vía electrolítica.

**Tabla 51.** Concentración de plata en una solución recirculada.

Recirculación	gramos de placas iniciales en $500 \text{ cm}^3$	concentración final de plata (g/L)
Inicial	19.3	0.96
1 <sup>a</sup>	18.2	2.03
2 <sup>a</sup>	17.9	2.65
3 <sup>a</sup>	22.6	3.55

La recuperación de la plata de los líquidos de lixiviación obtenidos con o sin recirculación, puede efectuarse por cualesquiera de los métodos conocidos de reducción. Entre otros, puede aplicarse la cementación con Fe o Zn, la reducción con  $\text{H}_2$  o la electrólisis. Este último método se considera especialmente favorable ya que regenera el  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y permite la recirculación del líquido agotado a la etapa inicial de lixiviación. El subproducto de la electrólisis es oxígeno, que a su vez podría enviarse como materia prima al ozonizador, cerrando parcialmente el ciclo del proceso.



### 5. Caracterización de las placas de poliéster residuales

Las recortes de placa atacados con ozono, se inspeccionaron ocularmente y por SEM/EDS, detectándose dos tipos de placas: unas completamente transparentes -libres de plata- dejando el soporte polimérico azul a la vista y otras minoritarias parcialmente opacas.

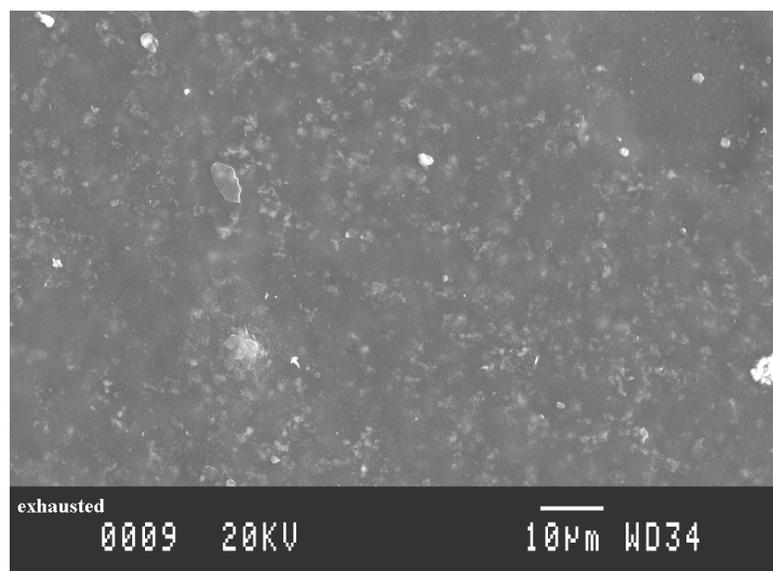
El EDS no detectó la presencia de plata en los fragmentos transparentes, confirmándose la extracción total de plata (figura 97). Contrariamente, el EDS correspondiente a los fragmentos opacos reveló la existencia de trazas de Ag, tal como muestra la figura 99.

Las imágenes de SEM también ponen de manifiesto la diferencia entre los dos tipos de placas. En la figura 96 se observa la superficie de una de las placas exhaustivamente atacadas (placa transparente), en ella no se observan partículas de plata, a diferencia de lo que ocurre en la figura 98 correspondiente a una muestra no agotada (placa opaca), en donde todavía se detectan algunos entramados de plata.

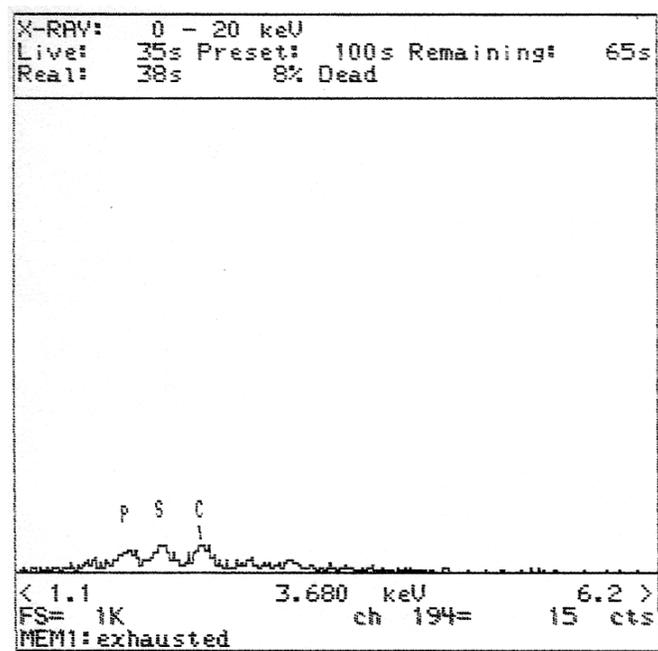
Para obtener un poliéster puro final, apropiado para el proceso de reciclaje, parece necesario eliminar la gelatina residual que no reacciona con en medio  $O_3$ . Por este motivo, se propuso un tratamiento final para el poliéster de las placas atacadas, consistente en un lavado con una solución de hipoclorito comercial, de 25g de cloro activo por litro a temperatura ambiente y durante unos 15 minutos. Después de este tratamiento, se obtiene un poliéster libre de gelatina, mostrando una superficie muy lisa en la que apenas se observan partículas (figuras 100 y 101).

La distinta apariencia que presenta la placa atacada con hipoclorito respecto a la muestra totalmente atacada con ozono, se debe a un mecanismo distinto de ataque. El hipoclorito es un agente muy agresivo, su acción destruye totalmente la capa gelatinosa en la que las partículas de plata se hallan atrapadas, quedando el soporte de poliéster completamente limpio. Contrariamente, el ozono únicamente ataca esta capa parcialmente, permitiendo su acceso a las partículas de plata y quedando en la superficie restos de la matriz gelatinosa.

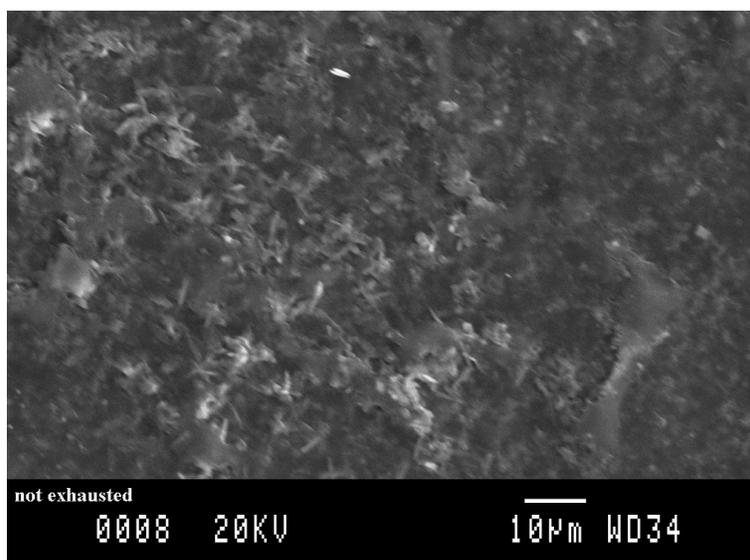
En la figura 102 se muestran dos fragmentos atacados: uno de placa atacado con ozono (2) y otro atacado con hipoclorito (3), comparados con un fragmento de placa original (1).



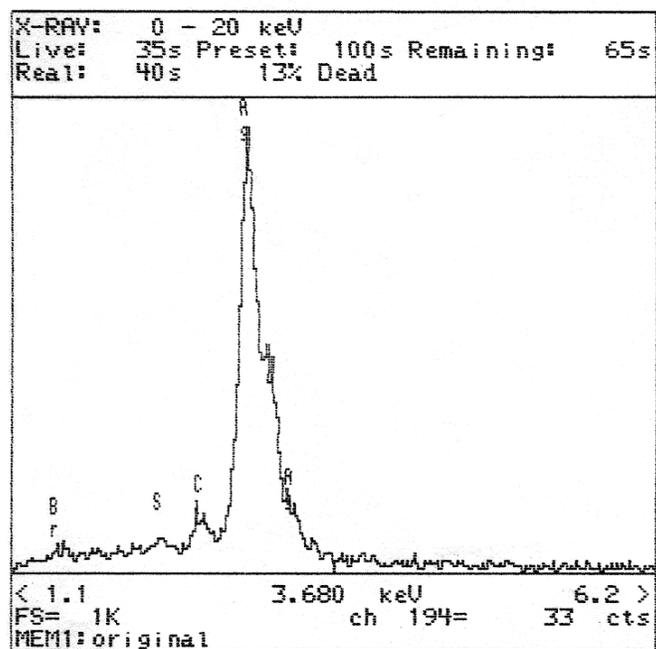
*Figura 96.* Superficie de una placa exhaustivamente atacada (SE)



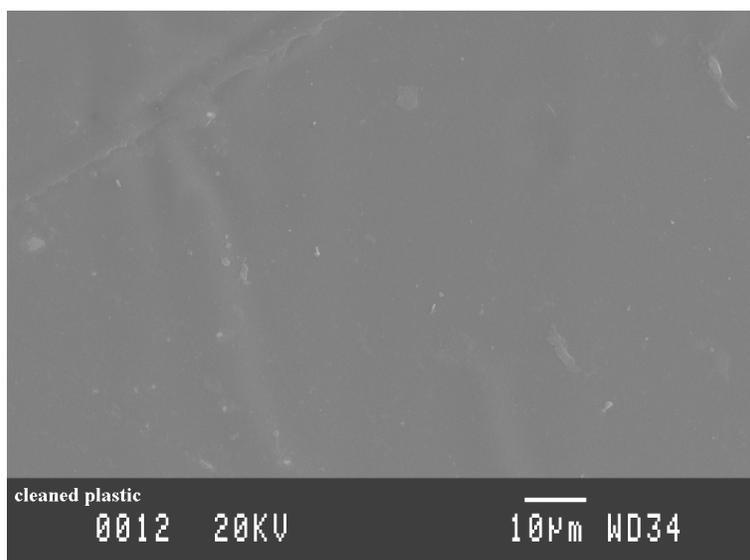
*Figura 97.* EDS de una placa exhaustivamente atacada



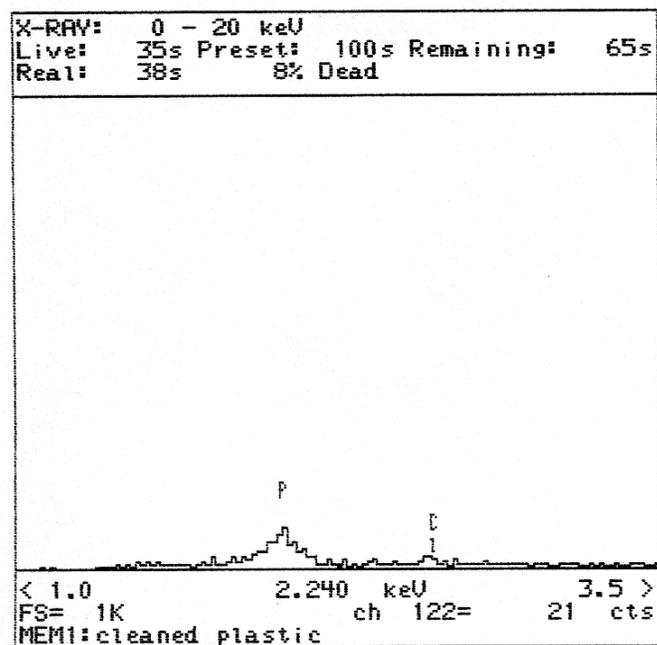
*Figura 98.* Superficie de una placa no agotada (SE)



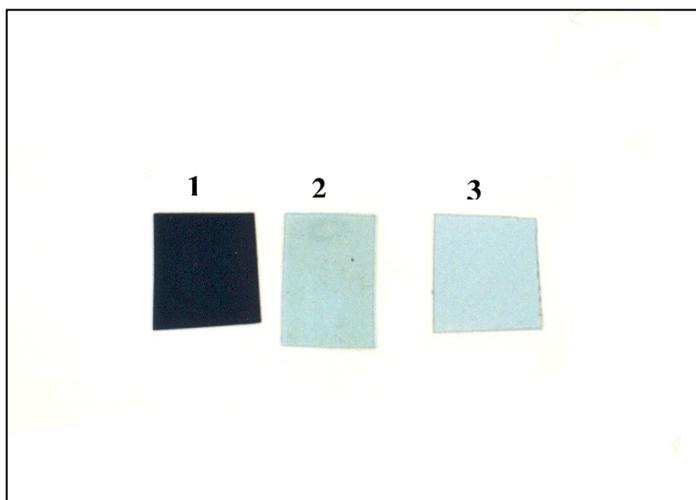
*Figura 99.* EDS de una placa no agotada



*Figura 100.* Superficie de una placa de poliéster libre de gelatina (SE)



*Figura 101.* EDS de una placa de poliéster libre de gelatina



**Figura 102.** (1): Placa original, (2): placa libre de Ag (atacado con ozono), (3): Poliéster final libre de Ag y gelatina (tratado con hipoclorito)



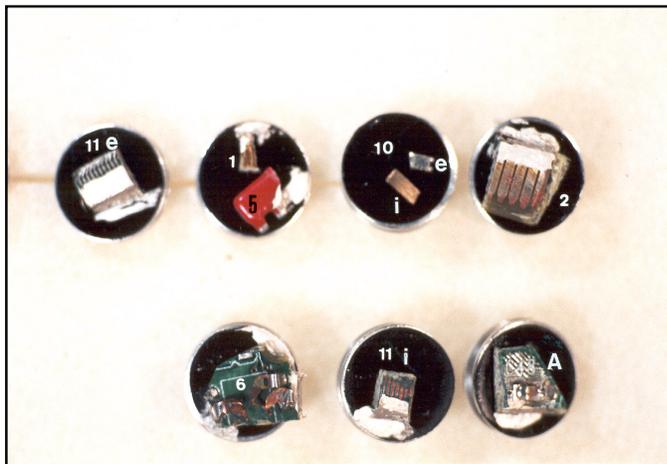
### III.5. RECUPERACIÓN DE METALES DE CHATARRA ELECTRÓNICA

Se partió de una placa de circuito impreso de ordenador suministrada por Carburos Metálicos S.A. La figura 30 muestra la imagen de la placa con la que se realizó el estudio.

Dada la complejidad de la muestra, la placa se caracterizó exhaustivamente para determinar los distintos elementos constituyentes y su localización. En base a éstos, se diseñó el tratamiento de lixiviación adecuado para la recuperación de metales.

#### III.5.1. Caracterización de la chatarra electrónica

La caracterización se realizó por inspección ocular, microscopía electrónica de Scanning (SEM) y energía dispersiva de rayos X (EDS). La numeración en la placa (figura 30), indica la procedencia de las muestras empleadas en el análisis por SEM. La elección de estas muestras no fue aleatoria sino el resultado de una inspección ocular exhaustiva de los distintos componentes -externos e internos- de la placa, garantizando así su representatividad. Se procedió también al desbaste de los mismos con objeto de detectar, si fuera el caso, la presencia de capas de distinta composición. En las figuras 103 y 104 se ofrece la imagen de las muestras montadas, con la respectiva numeración, esto es, preparadas para ser observadas por SEM.



**Figura 103.** Probetas -1, 2, 5, 6, A, 10 y 11 externo/interno - montadas para el análisis de SEM y EDS



**Figura 104.** Probetas – 3, 4, 7 y 8, 9, 12, 13 y 14 externo/interno- montadas para el análisis de SEM y EDS

Las figuras 105 a la 121, muestran los EDS de algunos de los componentes analizados. En la siguiente tabla 52 se recoge la composición elemental de cada una de los componentes, indicándose en los casos pertinentes su procedencia externa o interna.

**Tabla 52.** Componentes metálicos de la placa de circuito impreso.

Componentes metálicos de la placa junto con numeración de procedencia (figura 30)

1. Au sobre Ni	10. Exterior: Sn
2. Interior: Cu	Interior: Cu
Exterior: Ni/Au	11. Exterior: Sn/Pb
3. Soldaduras Sn/Pb	Interior: Cu
4. Cu	12. Exterior: Sn
5. Soldadura Sn/Pb	Interior: Fe/Ni
6. Cu/soldadura Sn/Pb	13. Exterior: Au/Ni/Cu
7. Sn/Pb	Interior: Cu/Zn
8. Exterior: Sn/Pb y Ni/Cu	14. Exterior/
Interior: Sn y Cu	Interior:Sn
9. Exterior: Sn/Pb	A. Cerámica electrónica:
Interior: Sn	Ti/ Ba/ Nb/ Zr

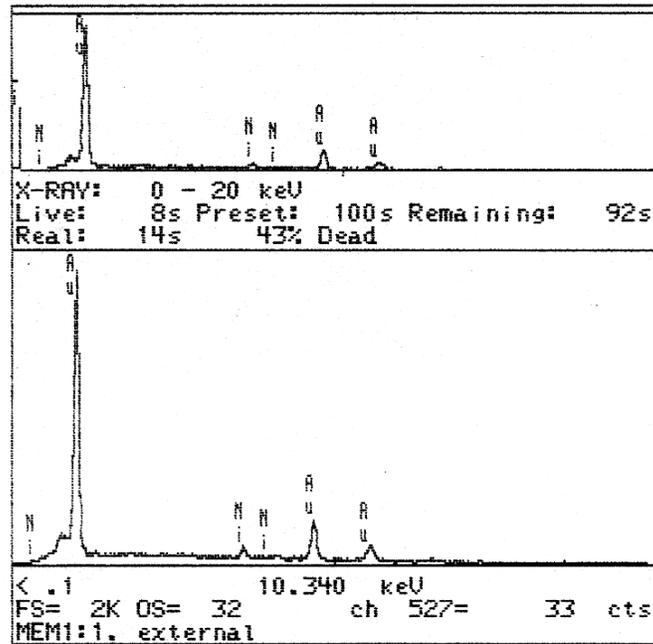


Figura 105. Espectro EDS de la zona externa de la muestra 1

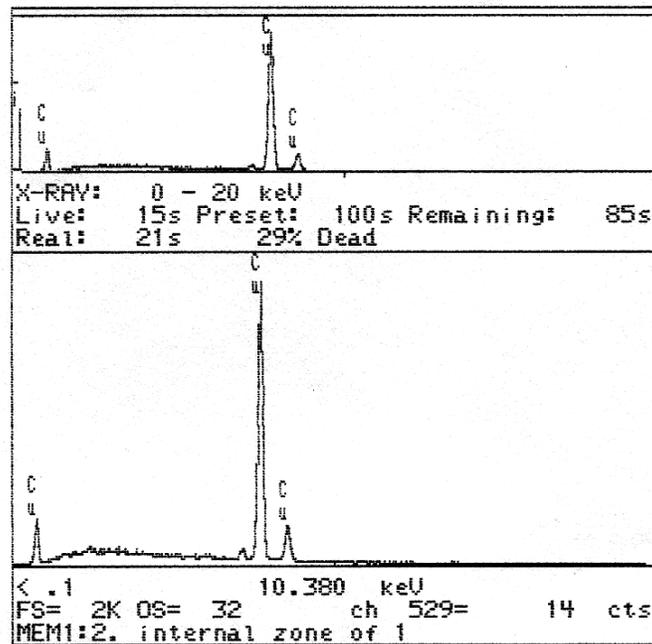


Figura 106. Espectro EDS de la muestra 2 (zona interna)

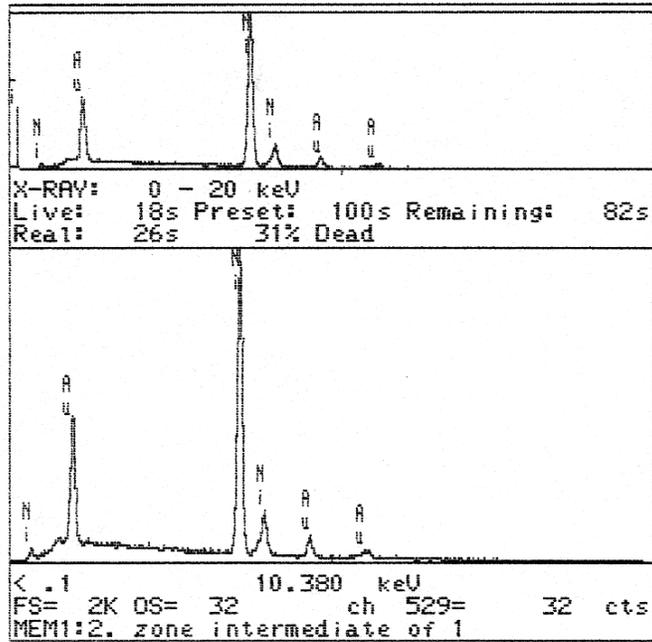


Figura 107. Espectro EDS de la muestra 2 (zona externa)

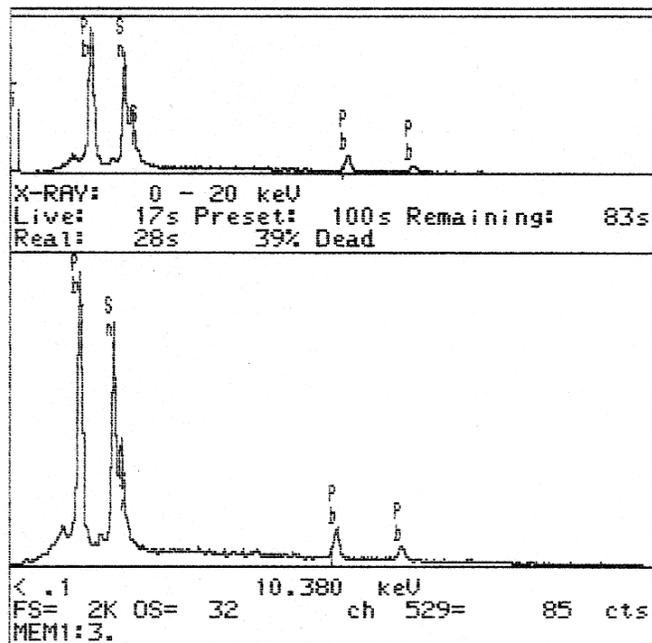


Figura 108. Espectro EDS de la muestra 3

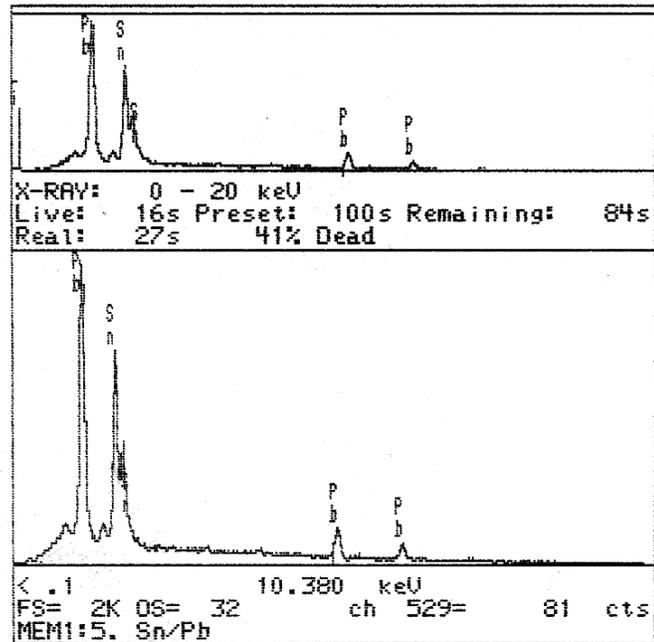


Figura 109. Espectro EDS de la muestra 5

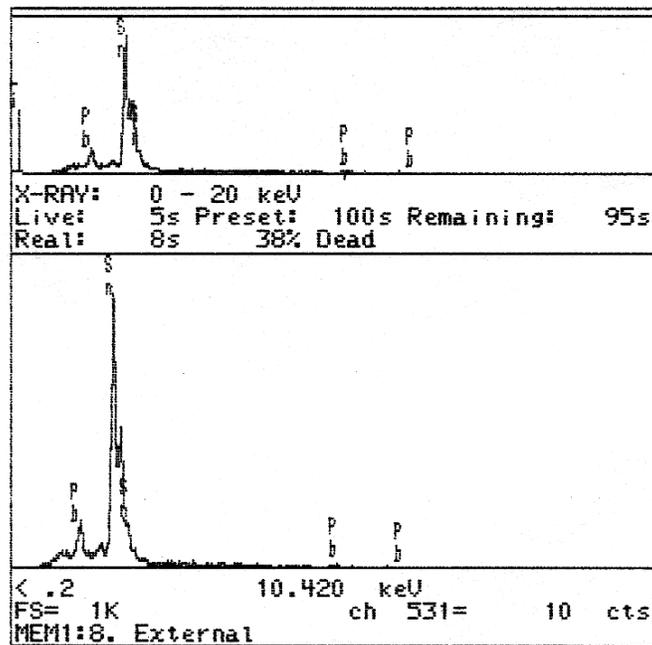


Figura 110. Espectro EDS de la parte externa de la muestra 8

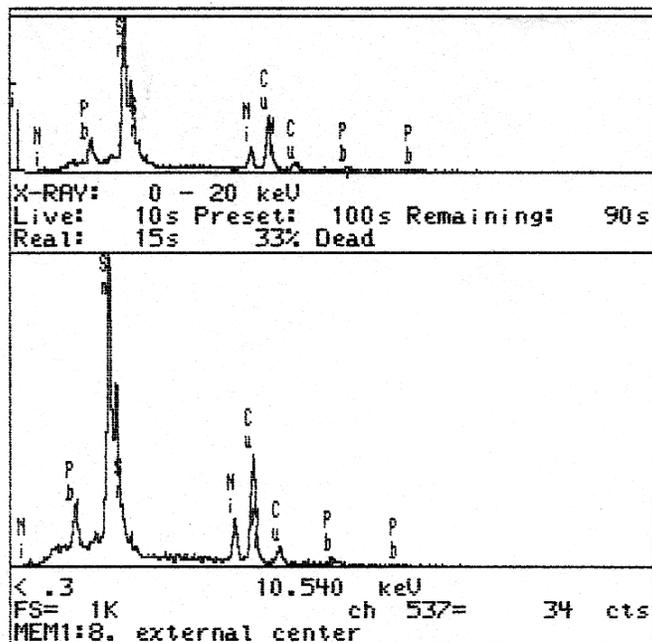


Figura 111. Espectro EDS de la zona central de la parte externa de la muestra 8

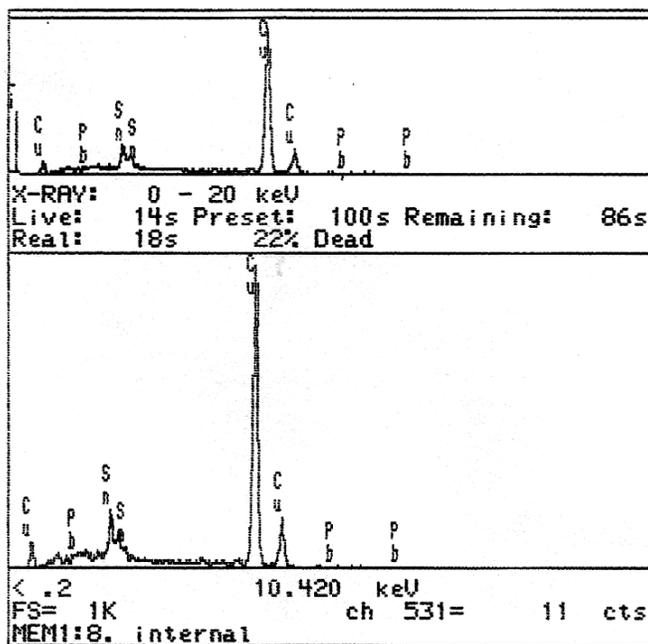


Figura 112. Espectro EDS de la zona interna de la muestra 8

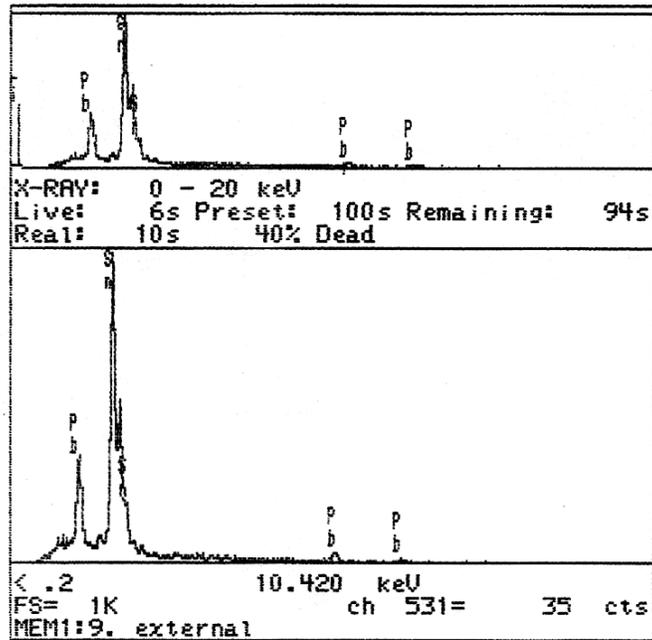


Figura 113. Espectro EDS de la zona externa de la muestra 9

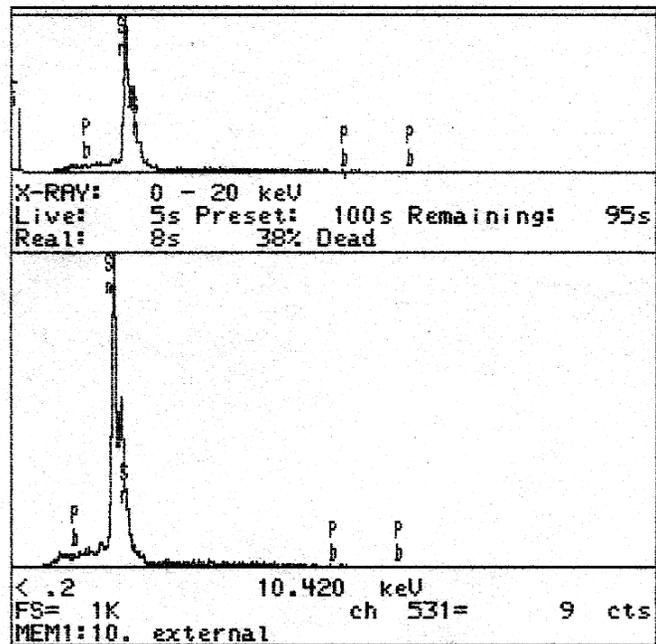


Figura 114. Espectro EDS de la zona externa de la muestra 10

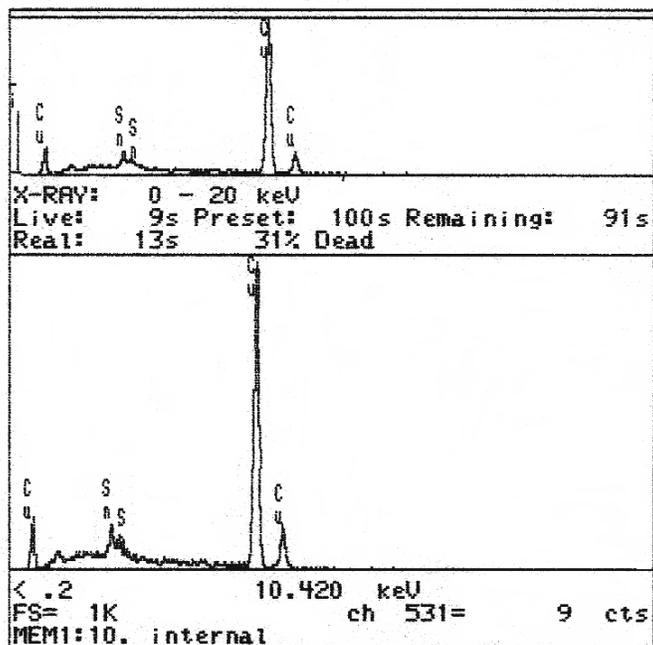


Figura 115. Espectro EDS de la zona interna de la muestra 10

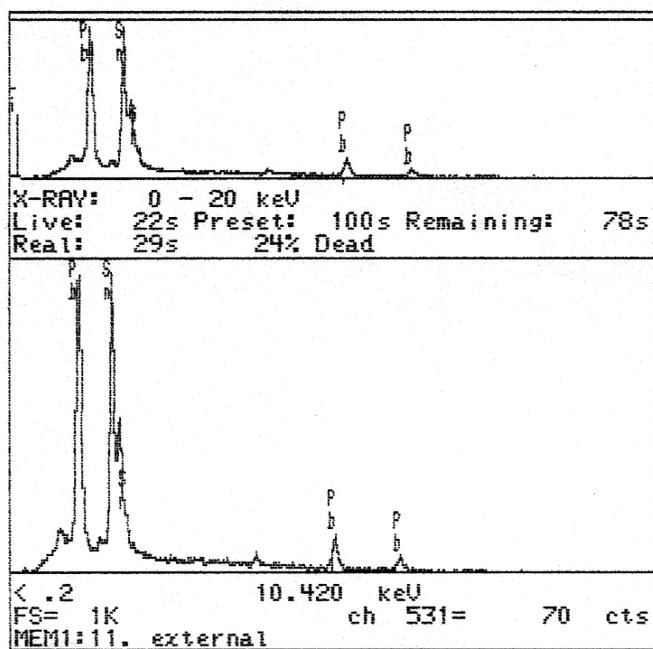


Figura 116. Espectro EDS de la zona externa de la muestra 11

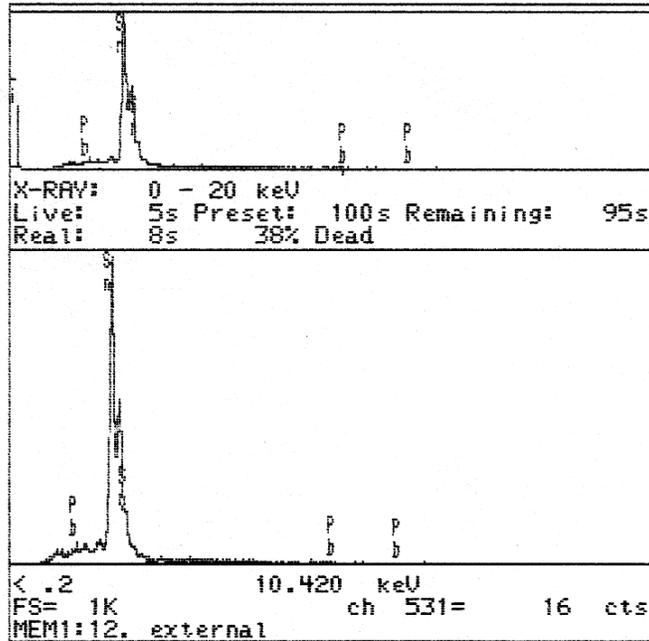


Figura 117. Espectro EDS de la zona externa de la muestra 12

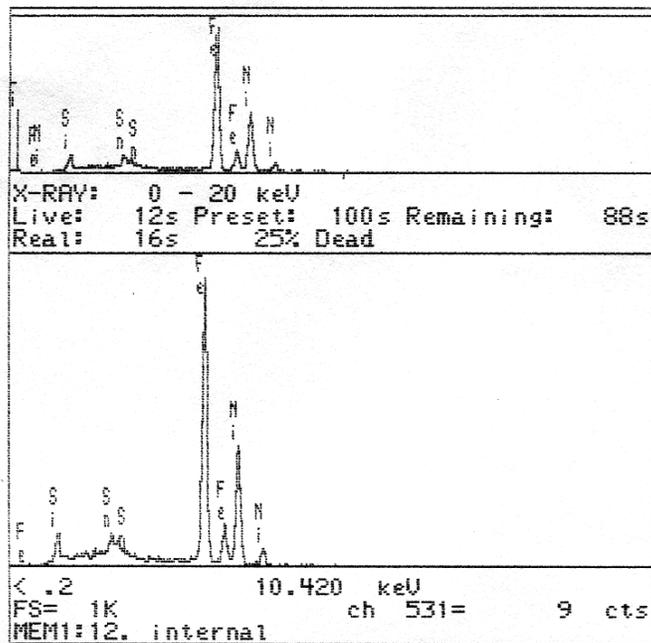


Figura 118. Espectro EDS de la zona interna de la muestra 12

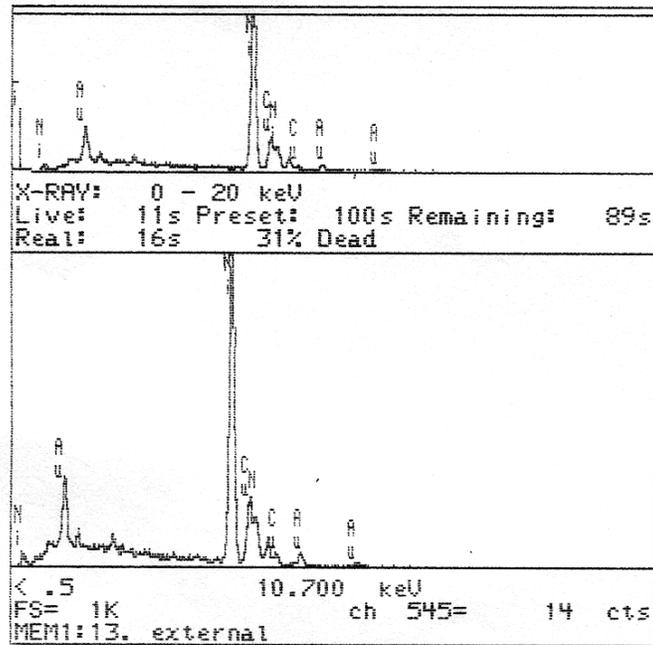


Figura 119. Espectro EDS de la zona externa de la muestra 13

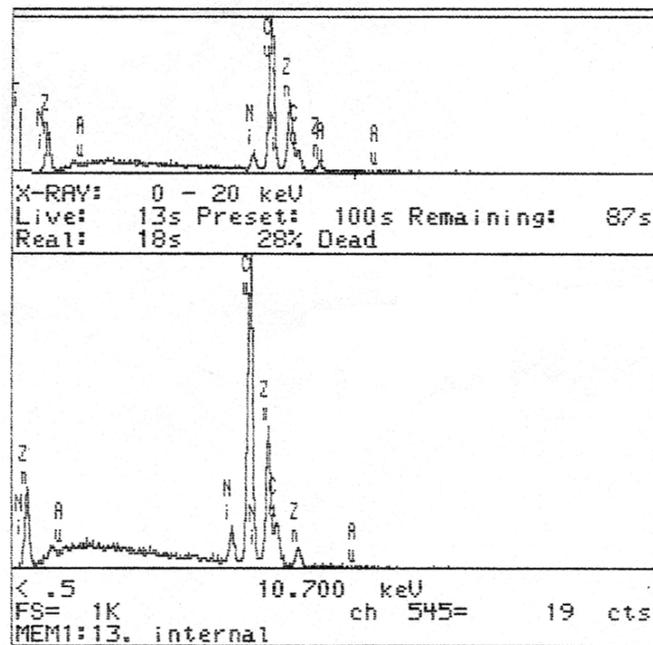


Figura 120. Espectro EDS de la zona interna de la muestra 13

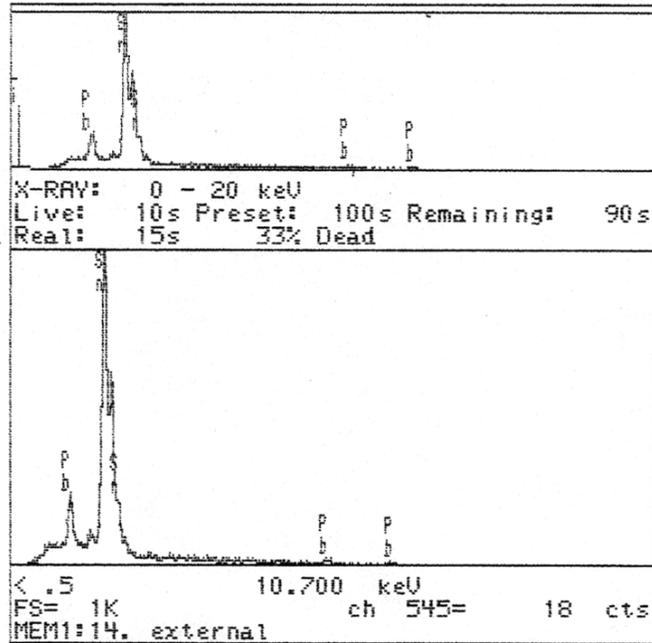


Figura 121. Espectro EDS de la zona externa de la muestra 14

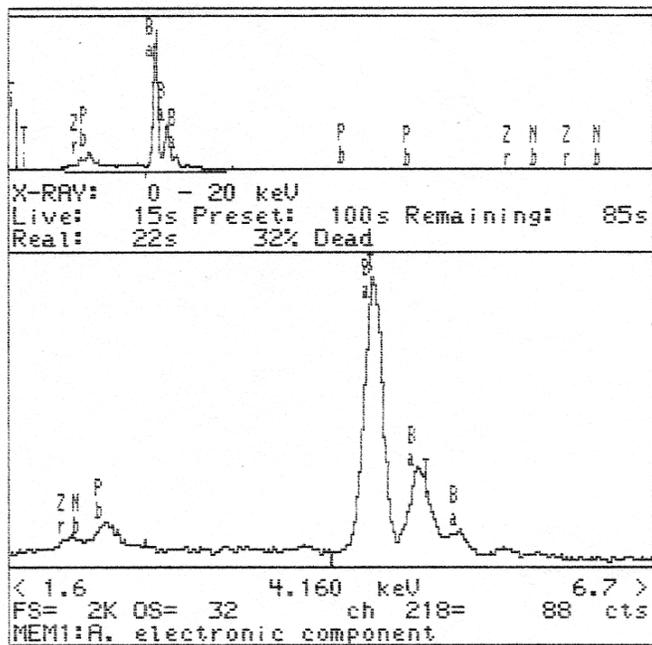


Figura 122. Espectro EDS de un componente electrónico

### III.5.2. Recuperación del oro de componentes dorados

#### 1. Materia Prima

La mayoría de los circuitos impresos de aplicación electrónica contienen zonas de contacto con un recubrimiento de oro. Estas zonas pueden ser fácilmente separadas del resto del circuito mediante corte.

Se trabajó con recortes de  $\sim 1\text{cm}^2$ , procedentes de las partes doradas del circuito impreso previamente caracterizado (probeta 2 de la figura 103). Estos recortes se componían de una base polimérica con Cu insertado recubierta por una capa de Ni ( $\sim 3\mu\text{m}$  de espesor). La capa de níquel a su vez estaba recubierta por una capa de Au de  $\sim 0.2\mu\text{m}$  de espesor. Se tomó una muestra representativa de estas zonas de contacto de 1.25g y se lixivió a través de dos etapas consecutivas:

- ♣ Lixiviación con  $\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4$
- ♣ Lixiviación con  $\text{O}_3/\text{O}_2/\text{HCl}$

Estas dos etapas corresponden respectivamente a las etapas 1 y 3 del proceso general METALAZON<sup>®</sup> (figura 18). Puesto que esta muestra no contenía Ag, la etapa 2 del proceso no se llevó a cabo.

#### 2. Resultados de lixiviación

##### 2.1. Lixiviación con $\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4$

La lixiviación de las partes doradas con oxígeno se realizó en las siguientes condiciones:

Masa de muestra: 1.25g

Volumen de solución:  $300\text{ cm}^3$

Temperatura:  $24\pm 1^\circ\text{C}$

$[\text{H}_2\text{SO}_4]$ : 0.5M

Caudal de gases: 21.5 L/h

$\text{P}_{\text{O}_2}$ : 1 atm

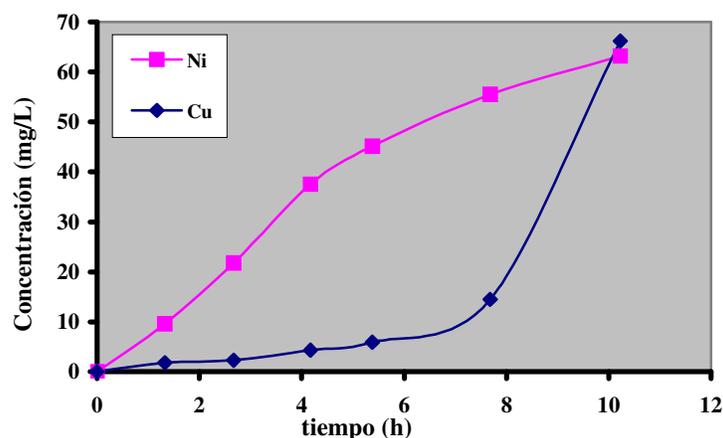
Velocidad agitación:  $700\text{ min}^{-1}$

Las valores de las concentraciones de Cu y Ni lixiviadas con oxígeno, se muestran en la tabla 53. En la figura 123 se han representado dichos valores frente el tiempo de ataque.

**Tabla 53.** Concentraciones de Cu y Ni obtenidas durante la lixiviación con  $O_2/H_2SO_4$  0.5 M

tiempo (h)	[Cu] mg/L	[Ni] mg/L	% Extracción de Ni*
0	0	0	0
1	1.78	9.63	15
3	2.30	21.8	35
4	4.31	37.5	59
5	5.88	45.2	71
8	14.5	55.5	88
10	66.2	63.2	100

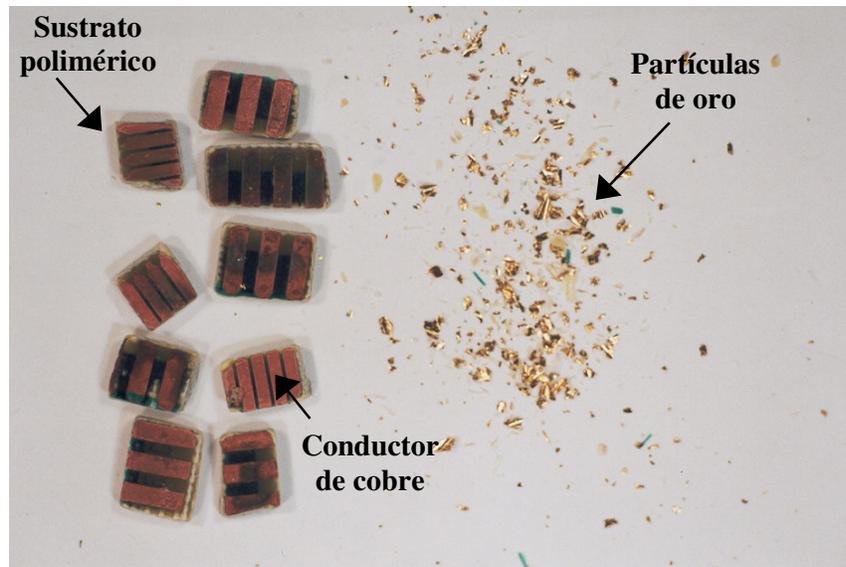
\*La extracción de níquel se ha calculado tomando un 100% de extracción a 10 horas.



**Figura 123.** Evolución de la concentración de Cu y Ni frente el tiempo de ataque durante la lixiviación con  $O_2/H_2SO_4$  0.5M

Como puede observarse en la figura 123, tiene lugar un ataque preferente del níquel, permitiendo de este modo la separación del recubrimiento de oro.

El cobre empieza a pasar de forma significativa a la solución, únicamente cuando el níquel está mayoritariamente disuelto. El tiempo de lixiviación necesario para separar el oro del sustrato de níquel es de 10 horas, es decir, el tiempo requerido para la disolución completa de la capa intermedia de níquel. En la figura 124 se puede observar como el recubrimiento de oro queda completamente separado del sustrato polimérico de cobre.



**Figura 124.** Residuo sólido de la lixiviación de componentes dorados con  $O_2/H_2SO_4$  0.5M

Se separó el residuo sólido de la solución. Las partículas de oro ( $< 2\text{mm}$ ), se separaron por tamizado de los recortes poliméricos del circuito impreso (1- 2 cm) y se lixiviaron con ozono en medio clorudado según el siguiente apartado.

La solución de Cu y Ni en medio sulfato, puede ser tratada por los procedimientos convencionales para la obtención de estos metales por electrólisis.

## **2.2. Lixiviación con $O_3/O_2/HCl$**

Las partículas de oro obtenidas en la etapa anterior se lixiviaron con  $O_3/O_2/HCl$  0.1M.

Las condiciones experimentales fueron:

Volumen de solución: 200 cm<sup>3</sup>

Temperatura: 24±1°C

[HCl]: 0.1M

Caudal de gases: 21.5 L/h

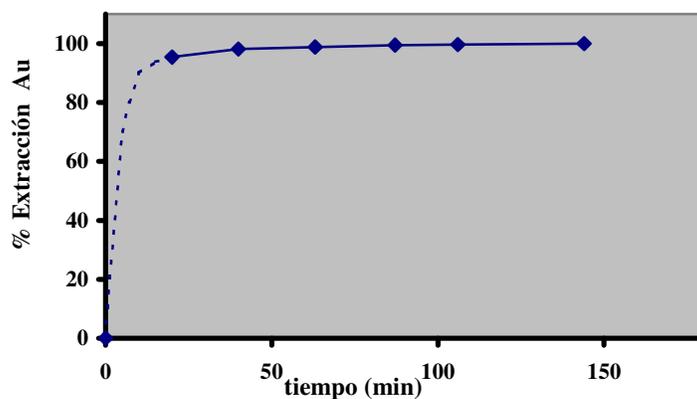
P<sub>O<sub>3</sub></sub>: 0.049 atm; P<sub>O<sub>2</sub></sub>: 0.95 atm

Velocidad agitación: 700 min<sup>-1</sup>

La lixiviación de las partículas de oro con ozono se completó prácticamente en 20 minutos, dado el fino espesor de las partículas de oro. Los resultados experimentales se muestran en la tabla 54 y figura 125.

**Tabla 54.** Valores de la extracción del oro durante la lixiviación con O<sub>3</sub>/O<sub>2</sub>/HCl 0.1M

tiempo (min)	% Extracción del oro
0	0
20	95
40	98
63	99
87	99
106	99
144	100



**Figura 125.** Evolución de la extracción del oro con el tiempo durante la lixiviación con O<sub>3</sub>/O<sub>2</sub>/HCl 0.1M

### III.5.3. Recuperación del cobre, níquel, estaño, plomo y oro

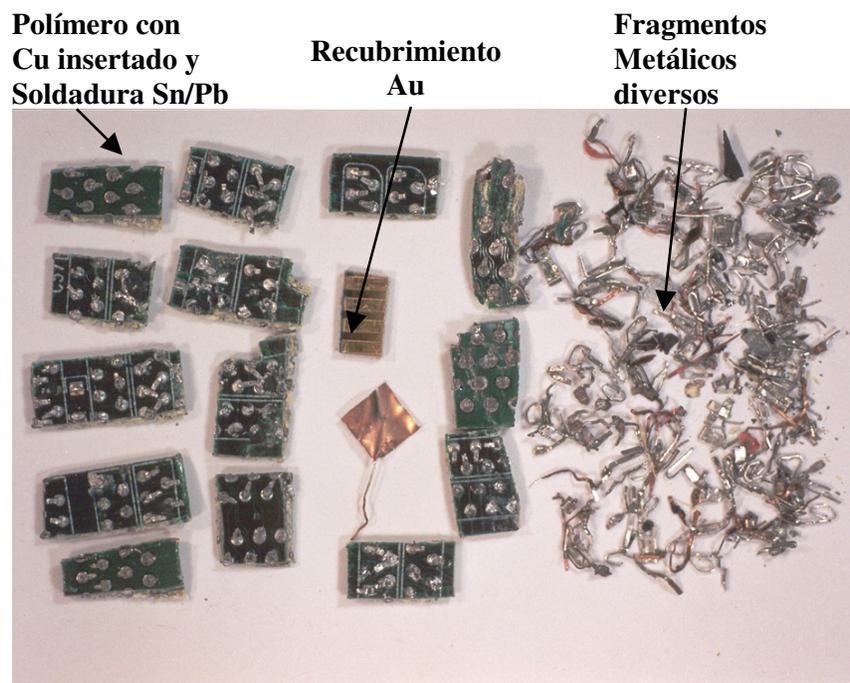
#### 1. Materia Prima

Se utilizó un concentrado metálico de 10.8 g obtenido por trituración a fragmentos de tamaño inferior a 2 cm del circuito impreso debidamente caracterizado. Previamente se habían separado magnéticamente los componentes en base hierro, resultando un concentrado final constituido por fragmentos metálicos diversos de 0.25 mm de espesor y 0.5-2 cm de largo, así como fragmentos poliméricos de 1-2 cm. Este sustrato contenía conductores de Cu y soldadura de Sn/Pb insertada. La composición del mismo se da en la tabla 55. La figura 126 muestra el concentrado metálico utilizado.

**Tabla 55.** Composición del concentrado metálico empleado.

Cu	Sn	Ni	Fe	Pb	Au	Sustrato polimérico
34%	15%	2 %	2.3%	~2%	0.022%	~45%

Esta composición se ha calculado a partir de las concentraciones finales de lixiviación



**Figura 126.** Imagen general del concentrado metálico empleado

El concentrado se lixivió asimismo a través de la etapa 1 y 3 del proceso de recuperación selectiva de metales METALozon<sup>®</sup>:

- ♣ Lixiviación con O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- ♣ Lixiviación con O<sub>3</sub>/O<sub>2</sub>/HCl

## 2. Resultados de lixiviación

### 2.1. Lixiviación con O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

La lixiviación del concentrado metálico con oxígeno se realizó en las siguientes condiciones:

Masa de muestra: 10.8g

Volumen de solución: 500 cm<sup>3</sup>

Temperatura: 24±1°C

[H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>]: 0.5M

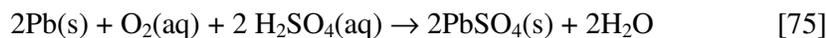
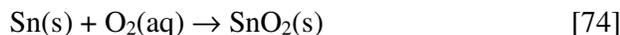
Caudal de gases: 21.5 L/h

P<sub>O<sub>2</sub></sub>: 1 atm

Velocidad agitación: 900 min<sup>-1</sup>

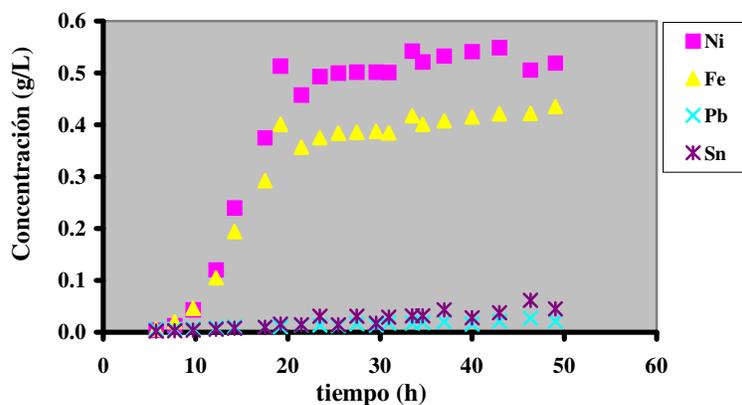
La tabla 56 y la figura 127 muestran la evolución de las concentraciones de Ni, Fe, Pb y Sn con el tiempo durante la lixiviación con oxígeno.

Como se puede observar en la figura 127 durante las primeras 8 horas de lixiviación no se produce aparentemente ataque del Sn y del Pb. Sin embargo, el Sn y Pb son atacados selectivamente, pero no pasan a la solución de forma significativa sino que forman un precipitado esferoidal de tamaño de partícula inferior a 1 μm, como muestra la imagen de SEM de la figura 128. Este precipitado está constituido principalmente por SnO<sub>2</sub>, con cantidades minoritarias de PbSO<sub>4</sub> y Pb, tal y como revelan su EDS (figura 129) y difractograma (figura 130). Por ello, se supone que la lixiviación con O<sub>2</sub> del Sn y el Pb tiene lugar principalmente según:



**Tabla 56.** Concentraciones de Fe, Ni, Pb, Sn y Cu, obtenidas durante la lixiviación con  $O_2/H_2SO_4$  0.5 M.

tiempo (h)	[Fe] g/L	[Ni] g/L	[Pb] g/L	[Sn] g/L	[Cu] g/L
5.7	0.00	0.01	0.01	0.00	0.0
7.7	0.01	0.02	0.01	0.00	0.1
9.7	0.04	0.05	0.01	0.00	0.2
12.2	0.12	0.11	0.01	0.01	0.3
14.2	0.24	0.19	0.01	0.01	0.4
17.6	0.37	0.29	0.01	0.01	0.9
19.2	0.51	0.40	0.01	0.02	1.6
21.5	0.46	0.36	0.01	0.01	2.0
23.5	0.49	0.38	0.01	0.03	2.5
25.5	0.50	0.38	0.01	0.01	3.2
27.5	0.50	0.39	0.02	0.03	3.9
29.0	0.50	0.39	0.01	0.02	4.5
31.0	0.50	0.38	0.02	0.03	4.8
33.5	0.54	0.42	0.02	0.03	5.5
34.7	0.52	0.40	0.02	0.03	5.5
37.0	0.53	0.41	0.02	0.04	5.8
40.0	0.54	0.42	0.02	0.03	6.3
43.0	0.55	0.42	0.02	0.04	6.5
46.3	0.51	0.42	0.03	0.06	7.0
49.0	0.52	0.44	0.02	0.05	7.3



**Figura 127.** Concentraciones de Fe, Ni, Pb y Sn en la lixiviación con  $O_2/H_2SO_4$  0.5M

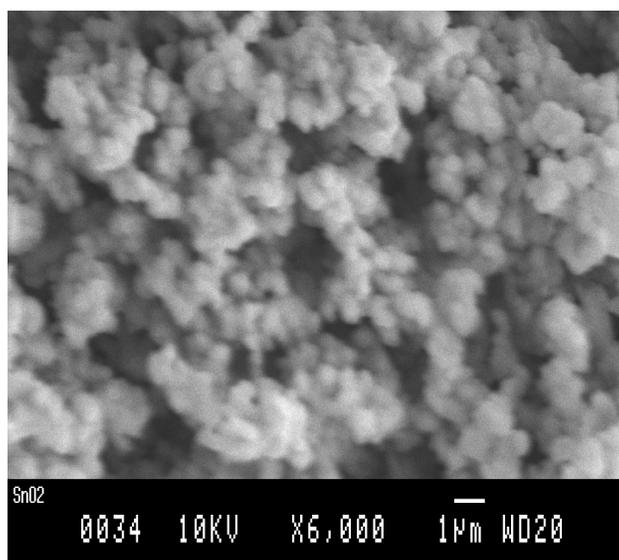


Figura 128. Precipitado SnO<sub>2</sub>/PbSO<sub>4</sub> (SE)

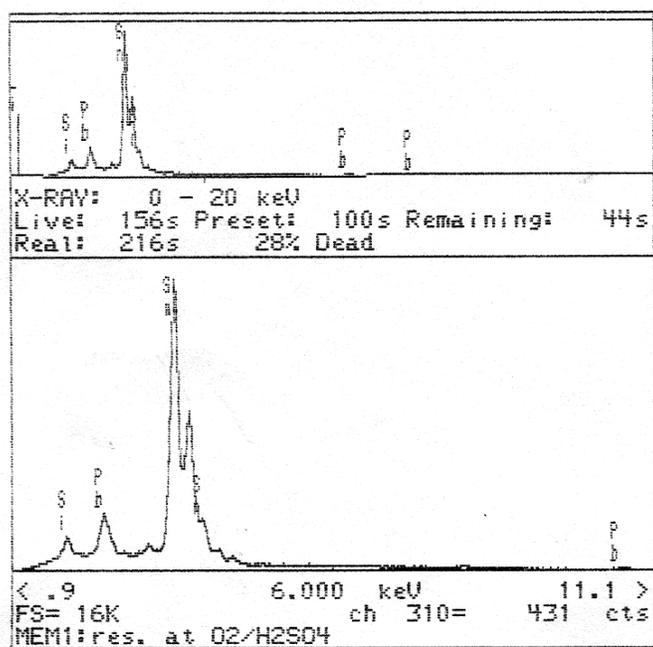
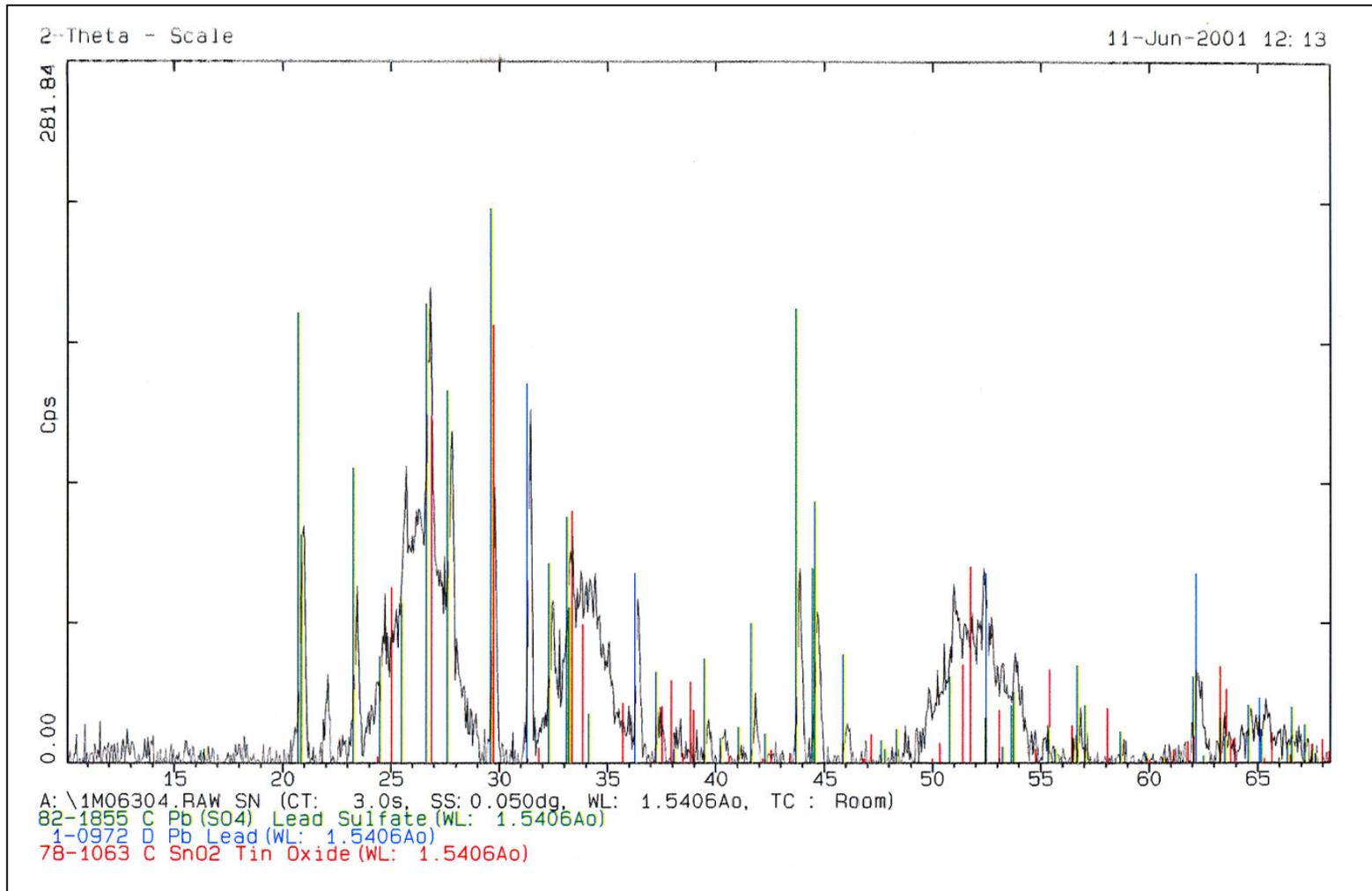
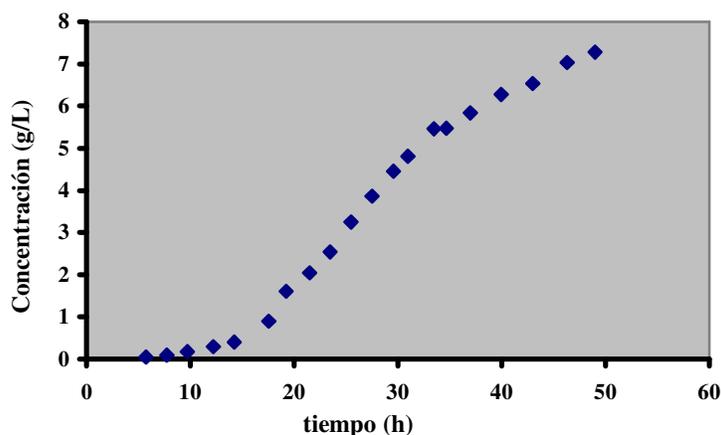


Figura 129. EDS del precipitado obtenido en lixiviación con O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5M



**Figura 130.** Espectro de DRX del precipitado obtenido en lixiviación con  $O_2/H_2SO_4$  0.5M

A partir de unas 8 horas de tratamiento, empieza la solubilización del níquel y de las pequeñas cantidades de hierro que no se consiguieron separar magnéticamente (figura 127). La extracción del níquel se completa en unas 12 horas, esto es, al cabo de 20 horas de iniciarse la lixiviación. A partir de las 18 horas, cuando la mayoría de Ni y Fe ya han sido lixiviados, empieza la solubilización del Cu que se completa en unas 50 horas desde el inicio del tratamiento, tal como muestra la figura 131.

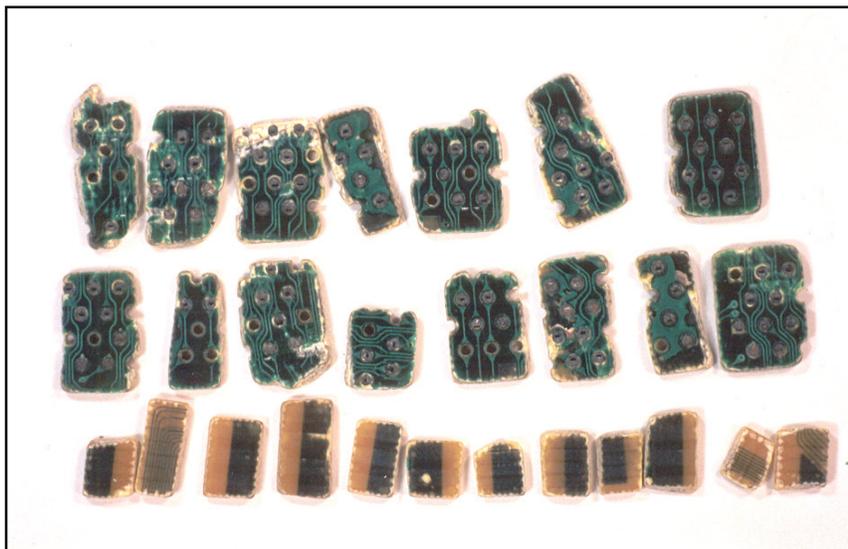


**Figura 131.** Evolución de las concentraciones de Cu durante la lixiviación con  $O_2/H_2SO_4$  0.5M

Se separó por repulpado la suspensión que contenía Cu y Ni juntamente con el fino precipitado de  $SnO_2/PbSO_4$ , del residuo propiamente sólido (fragmentos poliméricos y partículas de oro). El fino precipitado de  $SnO_2/PbSO_4$  se separó mediante la filtración de la pulpa.

La solución de Cu y Ni en medio sulfato, puede ser tratada por los procedimientos convencionales para la obtención de estos metales por electrólisis.

El residuo constituido por los fragmentos del sustrato polimérico (1-2 cm de tamaño) así como las partículas de oro (<2 mm de tamaño) se tamizaron para su separación. La figura 132 muestra el aspecto del sustrato polimérico desmetalizado.



*Figura 132.* Aspecto general del residuo de lixiviación con  $O_2/H_2SO_4$  0.5M

## **2.2. Lixiviación con $O_3/O_2/HCl$**

Las partículas de oro se tratan del mismo modo que el expuesto previamente en el apartado 2.2. Lixiviación con  $O_3/O_2/HCl$  para la recuperación del oro de componentes dorados.