



## ESTUDIO PRELIMINAR DE LA DISOLUCIÓN ELECTROQUÍMICA DE IRIDIO PROVENIENTE DE DESECHOS INDUSTRIALES

Sixto Sael Serrano López, Víctor Esteban Reyes Cruz y María Aurora Veloz Rodríguez

Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo. Carretera Pachuca-Tulancingo Km. 4.5, C.P. 42184 Pachuca, Hidalgo, México. Tel. y Fax: (01 771)7172-000 ext. 2282, e-mail: [quim\\_sael@yahoo.com.mx](mailto:quim_sael@yahoo.com.mx)

### RESUMEN

El presente trabajo muestra los resultados preliminares para establecer las condiciones energéticas de la disolución de iridio proveniente del material considerado como boquilla de dosificación de fibra cerámica proveniente de hornos de arco eléctrico, los resultados muestran que se tiene una base de tungsteno la cual se encuentra recubierta por iridio. El análisis energético realizado en el software Hydra-Medusa establece que pueden existir dos procesos de disolución de iridio en una ventana de pH de 0–2 en los intervalos de potencial de 0.83 a 0.84 V vs SHE, para la especie soluble de iridio (III) y de 0.84 a 1.50 V vs SHE para la especie de iridio (IV) en HCl 1 M. Los estudios electroquímicos de voltamperometría cíclica muestran 2 procesos de oxidación en los intervalos de potencial de -0.14 a 0.44 y a 0.84 a 1.24 V vs SHE que pueden ser atribuidos a la disolución del iridio (III) y iridio (IV).

### ABSTRACT

This study presents the preliminary results to establish the energetic conditions of iridium dissolution from the dosing nozzles of ceramic fiber obtained from electric arc heated furnaces. The results show a tungsten base which is coated with a layer of iridium. The energetic analysis obtained through the Hydra-Medusa software, establishes that there can be two dissolution processes of iridium in a pH window of 0 to 2 and a potential range of 0.83 to 0.84 V vs SHE for the soluble species of iridium (III), and 0.84 to 1.50 V vs SHE for the iridium species (IV) in HCl 1 M. The laboratory analyses done through cyclic voltammetry, show 2 oxidation processes in the potential intervals from 0.14 to 0.44 and of .84 to 1.24 V vs SHE respectively. The electrochemical studies of cyclic voltammetry, show 2 oxidation processes in the potential intervals from 0.14 to 0.44 and of .84 to 1.24 V vs SHE which can be attributed to the dissolution of iridium (III) and iridium (IV).

### INTRODUCCIÓN

El iridio es considerado un material valioso debido a sus propiedades físicas, químicas y electrocatalíticas <sup>[1]</sup>. Se usa principalmente como material de aleación para platino porque de esta forma se puede aumentar la dureza del mismo. Estas aleaciones se usan para hacer instrumentos de precisión, herramientas quirúrgicas, puntas de plumas, patrones de pesos y longitudes. El Iridio en aleaciones con platino u osmio es usado en joyería; además uno de sus isótopos es muy utilizado en radioterapia. Dado que las fuentes naturales para su obtención son limitadas y la demanda de iridio en la industria seguirá creciendo, la técnicas pirometalúrgicas e hidrometalúrgicas son ampliamente utilizadas para recuperarlo a partir de desechos <sup>[2]</sup>. Sin embargo, estas técnicas incluyen el uso de resinas iónicas, extracción con solventes y la recuperación por agentes reductores; lo que implica gran cantidad de solventes y un limitado porcentaje de recuperación. En la literatura se ha mostrado la viabilidad de llevar a cabo la recuperación de metales por técnicas electroquímicas <sup>[3]</sup>, como una alternativa ágil que permite un mínimo desperdicio de reactivos y con la posibilidad de obtener metales con la mínima problemática ambiental <sup>[4]</sup>. Es por ello que en el presente





trabajo se plantea el estudio electroquímico sistemático que permita la disolución selectiva de iridio en medio ácido.

## METODOLOGÍA

Se utilizó el Microscopio Electrónico de Barrido con sistema EDS acoplado, marca JEOL modelo JSM-6300, a 30 Kv de energía para el análisis elemental de la boquilla. El análisis morfológico fue realizado en el microscopio metalográfico marca Nikon con analizador de imagen.

Posterior al análisis elemental y morfológico se desarrollaron los diagramas de Pourbaix (pH y E) para conocer las condiciones energéticas de potencial donde se lleva a cabo la disolución de Ir en medio ácido.

El estudio electroquímico se llevó a cabo en una celda de vidrio de 100 ml de capacidad con un sistema de 3 electrodos (trabajo, auxiliar y referencia) y entrada de nitrógeno. Se utilizó como electrodo de trabajo una placa de Ir, proveniente de las boquillas dosificadoras de cerámica consideradas como desechos de la industria (placas PI1 y PI2). Como contraelectrodo se utilizó una barra de grafito, mientras que como electrodo de referencia se utilizó un electrodo de Calomel Saturado ( $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ) inmerso en un capilar de Luggin [ $E=242$  vs electrodo estándar de hidrógeno (SHE)]. Todos los valores de potencial de los estudios electroquímicos presentados en este trabajo fueron convertidos y reportados en la escala del SHE.

Para preparar el medio electrolítico se utilizó agua desionizada de alta pureza con  $14.8 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$  de resistividad y ácido clorhídrico grado analítico con 37% de pureza. Se preparó el electrolito de ácido clorhídrico (Ac) a concentraciones de 1.5 M, 1 M, 0.5 M y 0.25 M.

La celda se instaló en el equipo potenciostato/galvanostato Modelo 263A de la marca Princeton Applied Research, con una interfaz de usuario PowerSuite 2.56. Todos los barridos de voltamperometría cíclica se realizaron a una velocidad de  $25 \text{ mV}\cdot\text{seg}^{-1}$ .

## RESULTADOS

La figura 1 muestra la forma de la boquilla, posterior al trabajo de dosificación de cerámica fundida de los hornos de calentados por arco eléctrico.



Figura 1. Boquilla de horno de fundición de cerámica





La caracterización de la boquilla por EDS de la placa de desechos industriales indica que contiene iridio y tungsteno en proporciones de 3.88% y 85.78% respectivamente. Mientras que el análisis de metalografía indica que el material de tungsteno fue recubierto con iridio con un espesor de 214.7125  $\mu\text{m}$ .

La figura 2 muestra el diagrama de Pourbaix del sistema HCl 1 M e Ir 0.02 M a condiciones de temperatura y presión estándar y potenciales reportados en la escala de SHE.

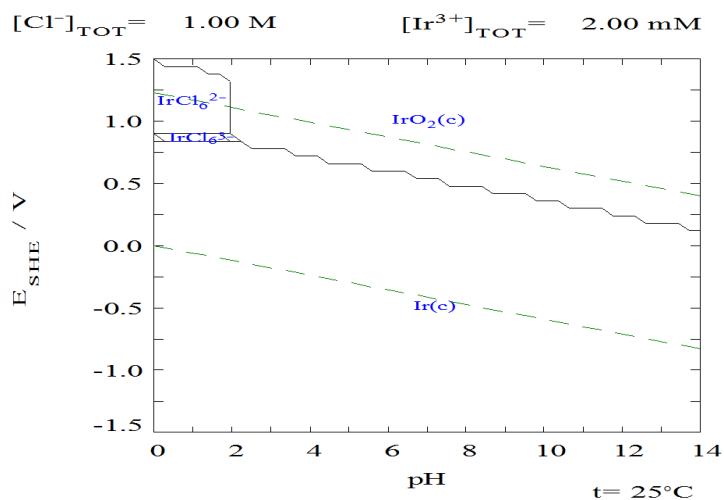


Figura 2. Diagrama de Pourbaix del sistema HCl 1 M y Ir 0.02 M a condiciones estándar

En el diagrama de Pourbaix (figura 2) se aprecia la existencia de dos especies de iridio en solución en una ventana de pH de 0 a 2 y potencial 0.83 a 0.84 V vs SHE, para la especie soluble de Ir (III) y de 0.84 a 1.5 V vs SHE para la especie de iridio (IV). La información obtenida de los diagramas de Pourbaix se toma como base para establecer las condiciones experimentales de concentración de ácido para llevar a cabo la disolución de iridio. Por lo que se realiza el análisis electroquímico por voltamperometría cíclica de dos placas recubiertas por iridio a concentración de ácido en un intervalo de 1.5 a 0.25 M.

La figura 3 muestra los voltamperogramas en dirección anódica realizados sobre una placa de Ir proveniente de las boquillas (PI2) al variar las concentraciones del electrolito soporte en i) 1.5 M ii) 0.5 M y iii) 0.25 M en un intervalo de potencial de -2.306 a 2.744 V vs SHE con velocidad de barrido de 25  $\text{mV}\cdot\text{seg}^{-1}$



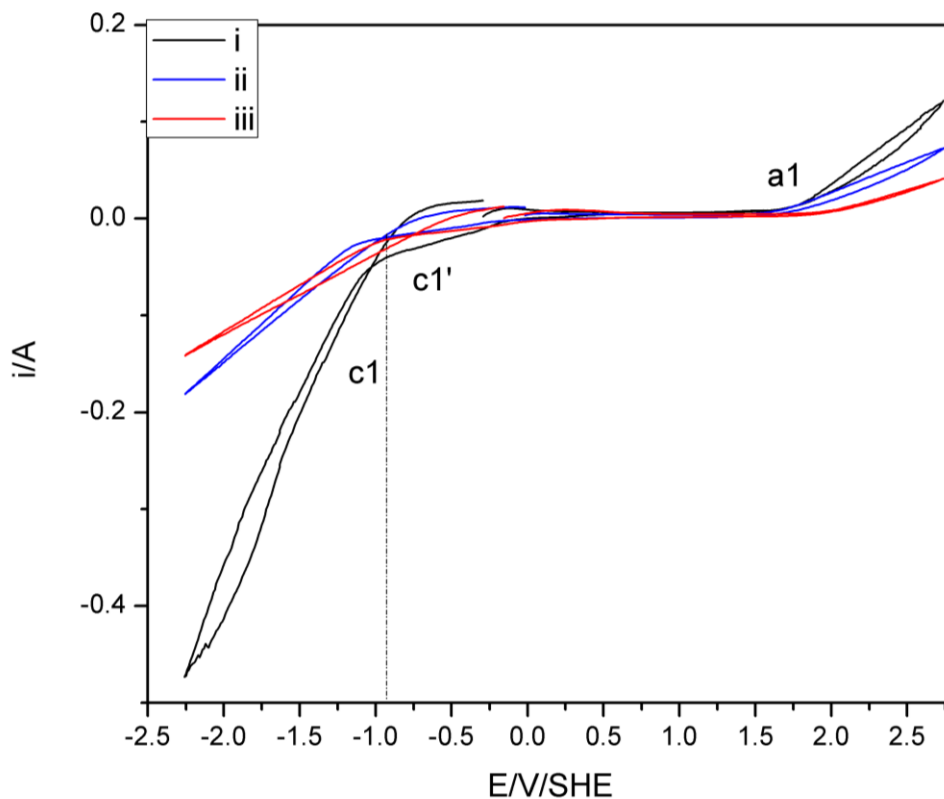


Figura 3. Voltamperogramas de placa 2, (PI2) a  $-2.306$  a  $2.744$  V vs SHE con velocidad de barrido de  $25 \text{ mV}\cdot\text{seg}^{-1}$  a concentración de ácido clorhídrico i)  $1.5$  M, ii)  $0.5$  M y iii)  $0.25$ . El barrido de potencial fue iniciado en sentido anódico.

En la figura 3 (curvas i, ii y iii) se observa que la evolución de oxígeno (a1) para las tres concentraciones de ácido clorhídrico inicia en un potencial de  $1.74$  V vs SHE. Mientras que al invertir el potencial se aprecia un proceso de reducción ( $c1'$ ) antes de la evolución de hidrógeno ( $c1$ ) en el intervalo de  $-0.056$  V a  $-0.856$  V vs SHE. Por otra parte, se aprecia que al disminuir la concentración de ácido clorhídrico las corrientes anódicas y catódicas de la evolución de oxígeno y evolución de hidrógeno disminuyen para un mismo potencial  $2.0$  y  $-2.303$  V vs SHE respectivamente, debido a que se tiene menor cantidad de  $\text{H}^+$ . También se aprecia que el proceso de evolución de hidrógeno se ve desplazado a potenciales menos catódicos ( $-0.856$  V vs SHE) con un incremento importante en la corriente catódica en la concentración más alta ( $1.5$  M de HCl). Este comportamiento se debe a que el iridio cataliza la evolución de oxígeno y evolución de hidrógeno tal como lo reporta la literatura<sup>[1]</sup>.

Estos resultados indican que la ventana de electroactividad para la disolución de iridio antes de la evolución de oxígeno e hidrógeno es de  $1.744$  a  $-0.756$  V vs SHE, la cual es independiente de la concentración de ácido clorhídrico.

La figura 4 muestra los voltamperogramas evaluados de  $-0.766$  a  $2.2$  V vs SHE en HCl  $1$  M con velocidad de barrido de  $25 \text{ mV}\cdot\text{seg}^{-1}$  con igual relación de área de la placa 1 (PI1), y placa 2 (PI2) con  $0.60$  y  $0.69$  % de iridio en la superficie.

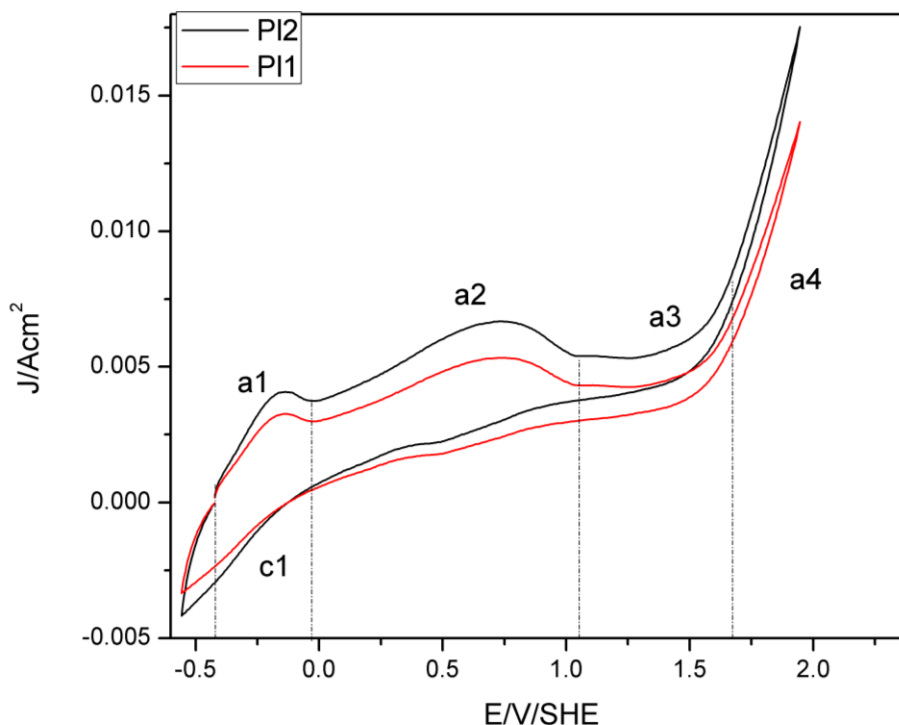


Figura 4. Voltamperogramas de placa 1 (PI1), placa 2 (PI2) de -0.766 a 2.2 V vs SHE en HCl 1M con velocidad de barrido de  $25 \text{ mV}\cdot\text{seg}^{-1}$  con igual relación de área.

En los voltamperogramas de las placas PI1 y PI2 (figura 4) se aprecian tres procesos de oxidación (a1, a2 y a3) antes de la evolución de oxígeno (a4); en los intervalos de potencial de  $-0.456$  a  $-0.056$  V vs SHE, de  $-0.056$  a  $1.044$  V vs SHE y de  $1.044$  a  $1.544$  V vs SHE, respectivamente. Los primeros dos procesos (a1 y a2) son atribuidos a la disolución de Iridio de las especies iónicas Ir (III) e Ir (IV) correspondientes a los obtenidos en el estudio energético Hydra-Medusa. Los procesos (a3 y a4) son atribuidos a la oxidación del medio y la evolución de oxígeno. Al invertir el barrido de potencial se tiene un proceso de reducción (c1) en las 2 placas (PI1) y (PI2) el cual es atribuido a la reducción de las especies oxidadas de iridio disueltas en el barrido directo o a la evolución de hidrógeno o la reducción acoplada de las especies disueltas de iridio con la evolución de hidrógeno.

Es importante mencionar que los procesos a1 y a2 de las respuestas voltamperométricas están desplazados a valores de potencial menos anódicos (en los intervalos de potencial de  $-0.456$  a  $-0.056$  V vs SHE y  $-0.056$  a  $1.044$  V vs SHE) respecto a los obtenidos en Hydra-Medusa ( $0.83$  a  $0.84$  V vs SHE y  $0.84$  a  $1.5$  V vs SHE) para las especies de disolución de iridio III y IV respectivamente. Esto se debe principalmente a que hay algunos factores que afectan las condiciones experimentales entre los que se pueden contar: temperatura, presión, elementos presentes en el medio y sus concentraciones, además de la interacción con los demás componentes. Estos factores afectan la cinética y con ello la predicción adecuada del proceso.





## CONCLUSIONES

Los resultados termodinámicos con el software Hydra-Medusa indican la presencia de dos especies de iridio III y IV en disolución en HCl 1M. La disolución de dichas especies se observa experimentalmente en los intervalos de potencial de  $-0.456$  a  $-0.056$  V vs SHE, y  $-0.056$  a  $1.044$  V vs SHE respectivamente, la cual es independiente de la concentración de ácido clorhídrico utilizado como electrolito soporte. Es necesario realizar estudios cronopotenciométricos y cronoamperométricos que permitan verificar y obtener la disolución máxima de iridio proveniente de los desechos industriales.

## BIBLIOGRAFIA

1. Junyuan Xu, Meng Wang, Gaoyang Liu, Jianling Li, Xindong Wang, (2011) "*The physical-chemical properties and electrocatalytical performance of iridium oxide in oxygen evolution*" *Electrochimica Acta*, Vol 56: 10223 – 10230
2. Lei Zhang, Na Li, Ping Fan, Xiaojun Chu, Shuai An, Jing Zhang, Xin Wang, (2012) "*Rapid and selective separation of iridium ions from aqueous solutions using nano- $Al_2O_3$* " *Hydrometallurgy journal*: 8-15
3. Ramírez, C. F., R. Rendón, Fernández O.A.L. (2010). "*Obtención de Nanopartículas de Ir(0)*." Encuentro Internacional en Nanociencia y Nanotecnología
4. Cobos, H. O. F. y Trisancho, R. J. L. (2006). "*Estudio de electroquímico de la reducción del peróxido de hidrógeno sobre aleaciones en la industria joyera*." *Scientia et Technica* 12 (30): 349 - 354

