I.4-CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS METÁLICAS DE E-WASTE

J.C. Ramírez-Castellanos^a, J.A. Cobos-Murcia^{a,b*}, V.E. Reyes-Cruz^a, M.A. Veloz-Rodríguez^a, G. Urbano-Reyes^a, J. Hernández-Ávila^a.

^aUniversidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Carr. Pachuca-Tulancingo km 4.5 s/n, Mineral de la Reforma, Hidalgo, México.

^bConsejo Nacional de Ciencia y Tecnología, Depto. de Cátedras, Av. Insurgentes Sur 1582, Col. Crédito constructor, Deleg. Benito Juárez, Ciudad de México, CP 03940, México.

* Autor de correspondencia: catseven78@gmail.com

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se realizó la caracterización de desechos electrónicos (e-waste) provenientes del sector industrial mediante distribución granulométrica, microscopía electrónica de barrido (MEB-EDS) y espectroscopía de emisión de plasma acoplado por inducción (ICP). El análisis granulométrico se realizó utilizando tamices de la serie Tyler, cuyos resultados permitieron clasificar la muestra de e-waste en seis lotes de diferentes tamaños (M16: +1180 μ m, M20: -1180 +850 μ m, M35: -850 +500 μ m, M45: -500 +335 μ m, M60: -335 +250 μ m, Pan: -250 μ m) obteniéndose la mayor proporción en peso (33.8 %) en la malla # 35 (-850 +500 μ m). Los resultados determinados por ICP para la malla #35 mostraron 0.055, 0.025 y 0.003 % en peso de Ag, Au y Pt respectivamente. Los resultados obtenidos por microanálisis semicuantitativo (MEB-EDS) indicaron la mayor concentración de Ag, Au y Pt para las mallas # 60, # 35 y # 20. Se ha determinado que es factible la recuperación de estos metales por medios electroquímicos.

Palabras Clave: Au, Ag, Pt, e-waste, tamaño de partícula.

ABSTRACT

In this work is show the characterization of electronic waste (e-waste) was carried out from the industrial sector through; particle size distribution, scanning electron microscopy (SEM-EDS) and optical emission spectrometry with induced plasma coupling (ICP). Granulometric analysis it was performed using Tyler sieves series, the results allow to classify the sample of e-waste in six batches of different sizes (M16: +1180 μ m, M20: -1180 +850 μ m, M35: -850 +500 μ m, M45: -500 +335 μ m, M60: -335 +250 μ m, Pan: -250 μ m) showing the highest proportion by weight (33.8 %) in the mesh # 35 (-850 +500 μ m). The results determined by ICP for mesh # 35 showed 0.055, 0.025 y 0.003 % wt Ag, Au and Pt respectively. The results obtained by quantitative microanalysis (SEM-EDS) indicated the highest concentration of Ag, Au and Pt for meshes # 60, # 35 and # 20. It has been determined that the recovery of these metals by electrochemical means is feasible.

Keywords: Au, Ag, Pt, e-waste, particle size.

1. INTRODUCCIÓN

En la actualidad vivimos una época que se ha caracterizado por el alto y acelerado consumo de dispositivos electrónicos, debido a que presentan un menor tiempo de vida útil, lo cual da como resultado una gran cantidad de desechos electrónicos conocidos como e-waste (electronic waste, denominación en inglés) [1-2]. De acuerdo a un estudio realizado por la Universidad de las Naciones Unidas (UNU) y la asociación de empresas de la industria móvil GSMA determinaron que América Latina produjo el 9 % de e-waste a nivel mundial y que se espera un crecimiento de entre el 5 y 7 % de estos residuos electrónicos al menos hasta el año 2018 [3-4]. Esta producción descontrolada de basura electrónica ha desatado una problemática socio-ambiental en la mayoría de los países [5-6]. Es por esta situación que hoy en día, se han implementado programas en varios estados de México que fomentan el reciclaje de todo tipo de residuos electrónicos, así como el incremento de empresas dedicadas a la recolección, separación y reciclaje de los e-waste y su tratamiento completo [7].

El reciclaje de desechos electrónicos, ha permitido desarrollar ampliamente procesos enfocados a la recuperación de metales tales como Cu, Ni, Sn, Zn, Pd, Au, Ag, Pt, entre otros [8]. Los contenidos de metales en los e-waste representan alrededor del 40 % y el 60 % de materiales no metálicos. El Cu en los e-waste se encuentra presente entre el 10% y 30%, siendo el restante los metales preciosos (MP) y tierras raras.

Para realizar la recuperación de los MP provenientes de los e-waste se han utilizado principalmente métodos metalúrgicos [9]. Sin embargo, los procesos electroquímicos representan una alternativa viable en la recuperación selectiva de metales preciosos (MP), provenientes de los desechos electrónicos ya que estos procesos son versátiles, presentan mayor selectividad, un menor consumo energético y residuos contaminantes. Sin embargo, antes de utilizar los procesos electroquímicos para la recuperación de MP de los e-waste, se deberá considerar el contenido de los MP en las muestras que serán electrolixiviadas para contrastar los resultados obtenidos [10]. Por lo que, en el presente trabajo se muestran los resultados de la caracterización de partículas metálicas provenientes de una empresa recuperadora de e-waste. A las cuales se caracterizó por su distribución granulométrica y se les analiza mediante espectroscopía de emisión de plasma acoplado por inducción (ICP) y microscopía electrónica de barrido (MEB) asistido con un espectrómetro de energía dispersiva de Rayos-X (EDS).

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Muestra y muestreo

La muestra fue donada por una empresa dedicada a la separación y reciclaje de desechos electrónicos, dicha muestra bajo condiciones iniciales se encuentra en forma de partículas metálicas de diferentes tamaños que constituyen una mezcla heterogénea de los metales. La cantidad total considerada para este estudio fue de 0.961 Kg de la cual se obtuvieron lotes de muestras que fueron homogenizadas por el método de cuarteo para tener las condiciones adecuadas para caracterizarlas.

2.2 Caracterización por distribución granulométrica

La muestra inicial fue caracterizada por distribución granulométrica para conocer el intervalo de tamaño de las partículas metálicas y permitir controlar las condiciones de trabajo. Este análisis granulométrico se realizó en el equipo RO-TAP modelo RX-29 durante una hora; empleando una serie

de tamices normalizados de diferentes aberturas: #16 de 1180 μ m, #20 de 850 μ m, #35 de 500 μ m, #45 de 335 μ m y #60 de 250 μ m, de la serie TYLER. El material contenido en cada tamiz fue pesado y clasificado de acuerdo al intervalo de tamaño de partícula.

2.3 Preparación de la muestra para ICP

Para el análisis químico, la preparación de la muestra consistió en la digestión del material metálico de cada muestra hasta disolver todos los sólidos; empleando 0.5 gr de material en 20 ml de agua regia (1 HNO₃:3 HCl) a una temperatura 100 - 150 °C evitando la pérdida por evaporación. Una vez disueltas las muestras, se tomó una alícuota de 5 ml para cada una de las muestras y se llevó a 25 ml con agua desionizada. Estas disoluciones fueron inyectadas al ICP y en caso de ser necesario realizar diluciones con agua de 1/25 y 1/1000 con el fin de obtener respuestas adecuadas de los metales mayoritarios.

2.4 Caracterización por ICP

El análisis cuantitativo de las muestras se realizó empleando el espectrómetro de emisión óptica con plasma de acoplamiento inducido ICP marca Perkin-Elmer modelo Óptima 8300. El análisis de cada muestra tanto concentrada como diluida se realizó por triplicado. Se preparó un estándar multielemental para realizar una curva de calibración por triplicados de 0, 2, 4, 6, 8 y 10 ppm.

2.5 Caracterización por MEB-EDS

El microanálisis semicuantitativo y de caracterización de las muestras de los e-waste se realizó empleando un equipo de microscopia electrónica de barrido (MEB) marca JEOL modelo JSM-6300 con un espectrómetro de energía dispersiva de Rayos-X (EDS) utilizando una energía de 30 KeV y una resolución de 3 a 4 nm. Las siete muestras fueron analizadas usando una pequeña cantidad sobre el porta muestras cubierto con una cinta conductora adhesiva de grafito. Se analizaron tres regiones para el microanálisis por dispersión de energía para determinar la presencia de Au, Ag, Pt, Cu, Zn, Sn, Ti, Fe, Ni, Pb, Al y Co.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Análisis granulométrico

El análisis granulométrico se realizó para determinar los diferentes de tamaños de las partículas metálicas y la distribución de estas. Como el resultado del tamizado se obtuvieron seis fracciones de la muestra original y estas fueron clasificadas con base a la malla correspondiente como M16, M20, M35, M45, M60 y Pan (residuo del tamizado). En la Tabla 1 se muestran los resultados obtenidos de dicha distribución granulométrica.

Malla	Tamaño de partícula (µm)	Peso (Kg)	%Peso
16	+1180	0.234	24.35
20	-1180 +850	0.299	31.11
35	-850 +500	0.329	34.24
45	-500 +335	0.056	5.83
60	-335 +250	0.031	3.23
Pan	-250	0.012	1.25

Tabla 1. Análisis de tamaño de partícula de las partículas metálicas de e-waste.

En la Tabla 1 se aprecia que la malla 35 o M35 contiene la mayor proporción del material con un tamaño de partícula en el intervalo de $-850 +500 \mu m$, y un 34.24 % en peso. La distribución del % en peso de las muestras se aprecia en la Figura 1, donde se observa que no existe una distribución de tamaño homogénea y que efectivamente el tamaño mayoritario corresponde a la malla 35. Por otra parte, se aprecia que la suma de las fracciones M16, M20 y M35 contiene el 89.7 % de peso total de la muestra original. Así mismo, estas muestras fueron cuarteadas y se obtuvieron partes representativas las cuales fueron utilizadas para los diferentes análisis, cuantitativo y semicuantitativo de caracterización.



Figura 1. Distribución granulométrica de las partículas metálicas de e-waste.

3.2 Análisis por MEB-EDS

El análisis semicuantitativo de las muestras tamizadas y la muestra original, se realizó para obtener un resultado preliminar del contenido de metales y asegurar la presencia de MP (Au, Ag y Pt). En la Tabla 2 se muestran los valores promedios de % peso y su intervalo de confianza de las siete muestras en estudio. En la tabla se observa que el Cu es el metal mayoritario en las muestras, seguido por Fe, Zn y Sn. Además, se aprecia la presencia de los MP en la mayoría de las muestras en estudio como se ve en la Figura 2. En donde se observa que el mayor contenido de Au se tiene en M35, el mayor contenido de la Ag en M20 y mayor contenido de Pt en M60. También se aprecia que la Ag está presente en todas las muestras analizadas, mientras que el Au no está presente en M45 y el Pt no se encuentra en M35 y M45. Así mismo, en la Figura 2 se observa que la muestra original presenta en mayor cantidad el Au,

así como cantidades significativas de Ag y Pt. Por otra parte, la alta variabilidad observada en todas las muestras en estudio indica su alta heterogeneidad.

Metal	%Peso Original	%Peso M16	%Peso M20	%Peso M35	%Peso M45	%Peso M60	%Peso Pan
Au	2.67±0.53	1±0.80	0.17±0.23	1.42±0.01	0±0	0.25±0.35	0.96±0.04
Pt	1.7±0.43	1.47±0.66	0.83±0.18	0±0	0±0	1.76±0.90	0.54±0.06
Ag	0.7±0.4	0.43±0.24	1.5±0.70	0.17±0.11	0.49±0.43	0.06±0.09	0.1±0.02
Ti	8.2±3.70	0.72±0.24	0.3±0.10	0.3±0.04	0.47±0.25	0.37±0.15	7.28±2.45
Sn	6.17±1.29	3.6±0.0	3.84±1.48	3.2±1.01	4±0.08	5.91±1.07	2.77±0.46
Cu	34.77±1.00	57.54±0.56	27.84±3.08	61.11±1.71	33.48±0.24	47.04±4.11	44.56±3.09
Fe	9.92±6.16	10.03±0.59	23.5±3.40	12.78±0.4	16.27±1.65	10.7±1.51	9.57±2.69
Ni	27.25±0.11	5.48±0.24	1.62±0.29	3.28±0.6	7.42±0.66	8.38±0.89	14.51±0.02
Pb	0.54±0.18	0.42±0.59	0.28±0.06	1.31±0.08	1.09±0.50	1.25±0.05	0.47±0.33
Zn	6.8±0.80	10.1±1.50	2.92±1.97	7.13±3.46	4.5±0.07	3.02±0.97	9.92±0.42
Al	3.34±1.33	5.42±0.339	7.91±0.24	4.1±0.3	13.9±0.03	7.18±2.02	2.62±0.62
Со	0.4±0.40	0.02±0.03	0.14±0.11	0.2±0.18	0±0	0.11±0.11	0.07±0.08

Tabla 2. Porcentaje en peso de los diferentes metales en los diferentes tamaños de partícula de las muestras Original, M16, M20, M35, M45, M60 y Pan, analizados por EDS.



Figura 2. Gráfico comparativo del contenido de MP en las muestras Original, M16, M20, M35, M45, M60 y Pan.

3.3 Análisis por ICP

El análisis químico por ICP se realizó para caracterizar de manera cuantitativa el contenido de metales de Au, Pt, Ag, Ti, Sn, Cu, Fe, Ni, Pb, Zn, Al, y Co, en la muestra representativa de e-waste clasificadas por tamaño de partícula. En la Tabla 3, se muestra el contenido (porciento en peso) de cada metal presente en las muestras analizadas.

Metal	%Peso Original	%Peso M16	%Peso M20	%Peso M35	%Peso M45	%Peso M60	%Peso Pan
Au	0.019	0.004	0.015	0.025	0.006	0.015	0.022
	±0.006	±0.005	±0.006	±0.001	±0.002	±0.0033	±0.0035
Pt	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002	0.002	0.002
	±0.0.002	±0.001	±0.001	±0.002	±0.0011	±0.0061	±0.0083
Å ~	0.038	0.040	0.024	0.055	0.005	0.041	0.013
Ag	±0.002	±0.003	±0.001	±0.0009	±0.003	±0.001	±0.0012
Ti	0.481	0.006	0.872	0.028	0.009	0.052	0.032
	±0.002	±0.0004	±0.04	± 0.0002	±0.0004	±0.0003	±0.0005
Sn	0.929	0.615	1.160	0.980	1.524	2.456	1.667
	±0.03	±0.02	±0.011	±0.009	±0.016	±0.0321	±0.0193
Cu	17.795	25.510	27.294±0.04	34.046	38.517	47.937	45.228
Cu	±0.07	±0.02	5	±0.089	±0.032	±0.05	±0.0818
Fe	1.965	3.146	1.440	2.159	3.029	2.343	2.167
	±0.01	±0.004	±0.009	±0.09	± 0.008	±0.007	±0.0063
Ni	0.681	1.120	1.436 ±0.009	0.968	0.950±0.006	1.357±0.01	1.433
	±0.004	±0.008		±0.01			± 0.007
Pb	0.334	0.181	0 222+0 02	0.460	0.438	0.373	0.589
	±0.019	±0.03	0.323±0.03	±0.04	±0.004	±0.017	±0.009
Zn	1.526	1.553	2.358	3.100	2.885	3.517	1.674
	±0.0236	±0.0051	±0.0118	± 0.0585	±0.0089	±0.0195	±0.0258
Al	0.549	0.363	0.003	0.092	0.045	0.055	0.017
	±0.0009	±0.0004	±0.0011	±0.0016	±0.0089	±0.0003	±0.0008
Со	0.017	0.019	0.018	0.018	0.010±0.001	0.009±0.0.0	0.016
	±0.0052	±0.0029	±0.0026	±0.0024	5	046	±0.0018

Tabla 3. Porcentaje en peso de los diferentes metales en los diferentes tamaños de partícula de las muestras Original, M16, M20, M35, M45, M60 y Pan, analizados por ICP.

De acuerdo con los resultados obtenidos en la Tabla 3 se observa claramente que la muestra está conformada en mayor proporción por partículas metálicas de Cu, Fe y Zn; y de manera general en la muestra M60, se obtuvo una mayor cantidad de metales digestados. Los metales preciosos (Au, Ag y Pt) se encuentran en mayor proporción en M35 con un contenido (en peso) de 0.025 % de Au, 0.003 % de Pt y 0.055 % de Ag.



Figura 3. Comparación del porcentaje de Au, Ag y Pt en los diferentes tamaños de partícula de las muestras M16, M20, M35, M45, M60 y Pan.

La Figura 3 muestra únicamente la comparación del contenido de los MP clasificados de acuerdo al tamaño de partícula. En la cual se aprecia la presencia mayoritaria de Ag seguida del Au y el Pt en todas las muestras en estudio. Por otro lado, se observa que es conveniente considerar el tamaño de partícula mayores a 500 µm para trabajar en la recuperación de MP por métodos electroquímicos, debido a en este tamaño de partícula se encuentra la mayo fracción y contenido de los MP.

4. CONCLUSIONES

El análisis granulométrico de los e-waste permitió clasificar la muestra de acuerdo al tamaño de partícula indicando que la mayor proporción de la muestra original (89.7% en peso) se presenta para tamaños mayores a 500 µm lo que facilitaría la recuperación electroquímica de los MP. El microanálisis por EDS permitió establecer semicuantitativamente la presencia de los metales preciosos Ag, Au y Pt. El análisis químico por ICP indicó que la muestra M35 presenta la mayor cantidad de Ag, Au y Pt con 0.055, 0.025 y 0.003 % en peso respectivamente. Estos resultados sugieren realizar una disminución de tamaño de partícula de la muestra original hasta 500 µm para minimizar la heterogeneidad de la muestra.

AGRADECIMIENTOS

Los autores JCRC y JACM agradecen al Conacyt, por la beca de posgrado otorgada y por el programa de Cátedras Conacyt, respectivamente.

BIBLIOGRAFÍA

[1] B. H. Robinson: Science of The Total Environment, 2009, vol. 408, pp. 183-191.

[2] A. C. Kasper, G. B. T. Beselli, B. D. Freitas, J. A. S. Tenorio, A. M. Bernardes and H. M. Veit: Waste Management, 2011, vol. 31 pp. 2536-45.

[3] F. Magallini, R. Kuehr and C. P. Baldé: Universidad de las Naciones Unidas, IAS and GSMA, 2015, Tokio, América Latina.

[4] D. N. Perkins, M. N. Brune Drisse, and T. Nixele, P. D, Sly: E-waste: A Global Hazard, 2014, vol. 80, pp. 286-95.

[5] X. Zeng, Q. Song, J. Li, W. Yuan, H. Duan and L. Liu: Journal of Cleaner Production, 2015, vol. 90, pp. 55-9.

[6] Álvaro Nuñez: Recicla Electrónicos México S. A. de C. V., 2016, México.

[7] E.-y. Kim, M.-s. Kim, J.-C. Lee and B. D. Pandey: Journal at Hazardous Materials, 2011, vol. 198, pp. 206-15.

[8] R. B. Balakrishnan: Waste Management and Research, 2007, vol. 25, pp. 307-10.

[9] A. C. Kasper, A. J. Carrillo, M. G. García, H. M. Veit and V. P. Herranz: Waste Management and Research, 2016, vol. 34, pp. 47-57.

[10] F. Szabolcs, I. L. Florica, I. L. Árpad and I. Petru: Journal at Hazardous Materials, 2014, vol. 27, pp. 215-21.