

**ESTUDIO DE INCORPORACIÓN DIRECTA DE DESECHOS DE PILAS NI-MH EN EL  
PROCESO DE FUSIÓN DE LAS ALEACIONES DE ALUMINIO**

**CHRISTIAN DAVID HERNÁNDEZ CRISTANCHO**

**YAIR ANDRÉS JIMÉNEZ GONZÁLEZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER**

**FACULTAD DE INGENIERÍA FÍSICO-QUÍMICAS**

**ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES**

**BUCARAMANGA**

**2017**

**ESTUDIO DE INCORPORACIÓN DIRECTA DE DESECHOS DE PILAS NI-MH EN EL  
PROCESO DE FUSIÓN DE LAS ALEACIONES DE ALUMINIO**

**CHRISTIAN DAVID HERNÁNDEZ CRISTANCHO**

**YAIR ANDRÉS JIMÉNEZ GONZÁLEZ**

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de  
INGENIERO METALÚRGICO**

**DIRECTOR**

**Dr. Pedro Luis Delvasto Angarita**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER**

**FACULTAD DE INGENIERÍA FÍSICO-QUÍMICAS**

**ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES**

**BUCARAMANGA**

**2017**

## DEDICATORIA

*Este documento está dedicado, primeramente, a Dios quien me ha bendecido hasta este punto de mi vida y lo seguirá haciendo.*

*A mis padres, la herramienta que Dios ha usado para que yo pueda tener todo lo que hoy tengo, por su apoyo incondicional, esfuerzo a veces sobrehumano, y su gran amor que siempre me hizo sentir capaz de superarlo todo.*

*A Katherine Ortiz, mi novia, que con su amor siempre me ayudó a comprender que con determinación y perseverancia de la mano de Dios lo imposible se vuelve en posible.*

*A mi compañero y amigo Tancho y al profesor Pedro Delvasto, por ser mis acompañantes en esta batalla superada.*

*Y a todas las personas que de alguna u otra forma influyeron en mi formación personal y profesional a lo largo de mi paso por la amada Universidad Industrial de Santander.*

*Christian H.*

## DEDICATORIA

*Primero a Dios sobre todas las cosas, sin él nada de esto hubiera sido posible por demostrar  
que está día a día presente en cada paso.*

*A mis padres Mary y Alfonso, por todo su esfuerzo, por brindarme su amor infinito y apoyo  
incondicional en cada momento de mi vida, por ser un ejemplo a seguir, y a mi hermana Laura  
mi motivación cada día. Todo lo que soy y seré es gracias a ellos.*

*A cada uno de mis amigos que hicieron parte de esta etapa importante de mi vida.*

*A Tatiana, mi Esposa Hermosa, por cada momento vivido, por siempre estar para mí, por su  
apoyo, comprensión, por sus palabras de aliento y por darme su mano para caminar juntos.*

*A mi compañero y amigo Christian y al profesor Pedro Delvasto por su amistad y por ser mis  
acompañantes en esta batalla superada.*

*Jair Andrés.*

## **AGRADECIMIENTOS**

*A Dios toda gloria y honra.*

*A la Universidad Industrial de Santander y cada uno de los profesores de la escuela de Ingeniería Metalúrgica por brindarme una excelente formación integral profesional con alta calidad humana y académica.*

*Al profesor Pedro Luis Delvasto, por su orientación y paciencia en la dirección del presente trabajo de grado, compartiendo su amistad, conocimientos y experiencias.*

*A los técnicos de laboratorio Mario, Oscar y Domingo por toda su colaboración a lo largo de este proyecto.*

*Al laboratorio de rayos x de la Universidad Industrial de Santander- Parque Tecnológico de Guatiguara por facilitar los equipos para el desarrollo de las pruebas de difracción de rayos x en este trabajo de investigación.*

*Al laboratorio de Espectroscopia de la Universidad Industrial de Santander- Parque Tecnológico de Guatiguara por facilitar los equipos para el desarrollo de las pruebas de análisis elemental por espectroscopia de emisión óptica en este trabajo de investigación.*

## CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN .....	16
1. OBJETIVOS .....	18
1.1. OBJETIVO GENERAL.....	18
1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	18
2. MARCO TEÓRICO .....	19
2.1. PILAS NI-MH .....	19
2.2. ALUMINOTERMIA .....	20
3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL .....	22
3.1. ALEACIÓN DE ALUMINIO BASE .....	23
3.2. POLVO RECUPERADO DE LAS PILAS NI-MH .....	23
3.3. INCORPORACIÓN DEL POLVO ELECTRÓDICO EN EL ALUMINIO FUNDIDO .....	24
3.4. OTRAS TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.....	27
4. RESULTADOS .....	28
4.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS .....	28
4.2. CARACTERIZACIÓN DE LOS PRODUCTOS .....	30
5. ANÁLISIS DE RESULTADOS .....	41
6. CONCLUSIONES.....	46
7. RECOMENDACIONES.....	47
REFERENCIAS.....	48
BIBLIOGRAFÍA .....	52
ANEXOS .....	56

## Listado de tablas

Tabla 1. Composición en peso y porcentual de los elementos más representativos presentes en las pilas Ni-MH, a partir de información disponible en la referencia [6]. .....	24
Tabla 2 Formulación de las adiciones de las diferentes aleaciones producidas en este trabajo. ..	25
Tabla 3. Resultados ensayo de chispa realizado al aluminio base. ....	28
Tabla 4 . Fases cristalinas identificadas con ayuda de la base de datos PDF-2 del International Centre for Diffraction Data (ICDD) en los polvos electrónicos. ....	29
Tabla 5 . Resultados ensayo de chispa realizado a las probetas obtenidas de la incorporación de los polvos y la malla anódica. ....	31
Tabla 6. Resultados de la prueba de dureza ASTM E18. ....	40
Tabla 7. Resultados de la prueba de microdureza Al-1% polvos. ....	40
Tabla 8. Resultados de la prueba de microdureza Al-5% polvos. ....	40
Tabla 9. Resultados de la prueba de microdureza Al-5% malla. ....	40

## Lista de figuras

Figura 1. Representación esquemática de la reducción aluminotermica, en la cual las partículas de óxido de Níquel (NiO) es reducido por aluminio fundido en el límite. ....	21
Figura 2. Diagrama general del procedimiento experimental.....	22
Figura 3. Micrografía óptica del aluminio base utilizado. Ataque con reactivo de Keller. ....	28
Figura 4. Análisis comparativo por difracción de rayos X de las fases identificadas en el espécimen seleccionado en el laboratorio con código interno E3AR.....	30
Figura 5 Micrografía óptica del aluminio con adición de 1% de polvos de Ni-MH, Ataque con reactivo de Keller.....	32
Figura 6. Micrografía óptica del aluminio con adición de 1% de polvos de Ni-MH, Ataque con reactivo de Keller.....	33
Figura 7. Micrografía óptica del aluminio con adición de 5% de polvos Ni-MH, Ataque con reactivo de Keller.....	34
Figura 8. Micrografía óptica del aluminio con adición de 5% de polvos Ni-MH, Ataque con reactivo de Keller.....	34
Figura 9. Micrografía óptica del aluminio con adición de 5% de polvos Ni-MH, Ataque con reactivo de Keller.....	35
Figura 10. Micrografía óptica del aluminio con adición de 5% de malla anódica de las pilas Ni-MH. Ataque con reactivo de Keller. ....	35
Figura 11. Micrografía óptica del aluminio con adición de 5% de malla anódica de las pilas Ni-MH. Ataque con reactivo de Keller. ....	36
Figura 12. Análisis EDS-SEM realizado sobre la muestra Al. A la izquierda, zona de la microestructura en la que se efectúa la medición, a la derecha el espectro de dispersión de	

energía. La tabla embebida muestra la cuantificación del espectro. (A) Fase interdendrítica y B) la matriz de la muestra Al. ....	37
Figura 13. Análisis EDS-SEM realizado sobre la muestra Al-5% polvos. A la izquierda, zona de la microestructura en la que se efectúa la medición, a la derecha el espectro de dispersión de energía. La tabla embebida muestra la cuantificación del espectro. (A) Precipitado cerca de la fase interdendrítica y B) fase interdendrítica. ....	38
Figura 14. Microanálisis elemental lineal por EDS realizada a una fase encontrada en la probeta Al-5% polvos por medio del análisis de microscopía óptica de barrido SEM. ....	39
Figura 15. Perfil lineal de composición elemental obtenida mediante EDS-SEM en la zona marcada sobre la figura 13. Se analizaron los siguientes elementos: Al, Ni, O, Sm, Nd y Co. ...	39
Figura 16. Diagrama de Ellingham para el Al y el Ni .....	41
Figura 17. Diagrama de fases para el Al y el Ni. ....	44

## Lista de Anexos

	Pág.
ANEXO A.....	56
ANEXO B.....	58

## RESUMEN

**TÍTULO:** ESTUDIO DE INCORPORACIÓN DIRECTA DE DESECHOS DE LAS PILAS Ni-MH EN EL PROCESO DE FUSIÓN DE ALEACIONES DE ALUMINIO\*

**AUTORES:** HERNANDEZ CRISTANCHO, Christian David; JIMENEZ GONZALEZ, Jair Andrés\*\*

**PALABRAS CLAVE:** Pilas Ni-MH, aleaciones de aluminio.

**DESCRIPCIÓN:** La finalidad de esta tesis es la obtención de aleaciones con base aluminio a partir de la adición de elementos presentes en los desechos de las pilas Ni-MH (recargables) gastadas y agregarlas en el aluminio fundido, para la reutilización de dichas pilas y así disminuir la contaminación producida por estas junto con el mejoramiento de las propiedades del aluminio, aprovechando el fenómeno aluminotérmico. Mediante el cual el aluminio fundido puede reducir los hidróxidos de níquel presentes en las baterías. De las pilas Ni-MH se obtienen dos productos valiosos, los polvos negros y una malla metálica, que se usan como las variables de las aleaciones. Para la obtención de las muestras se recolecta la materia prima recolectada en forma de alambón de chatarra y se funde el aluminio para tener una muestra patrón de comparación. Luego se realiza la fusión del aluminio con las composiciones a estudiar sin ninguna otra variable. Se caracterizan las muestras obtenidas, tanto las obtenidas después de realizadas las fundiciones como de aquellas que se tienen inicialmente como lo son los polvos, la malla y el aluminio. Finalmente, se comparan las aleaciones obtenidas con el aluminio original para concluir que la adición, incluso de pequeñas cantidades de desechos de las pilas, permite la aparición de soluciones sólidas que aumentan la dureza del aluminio.

---

\* Trabajo de grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físico-químicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Director: Pedro Luis Delvasto Angarita.

## ABSTRACT

**TITLE:** STUDY OF DIRECT COALESCENCE OF WASTE Ni-MH BATTERIES IN THE ALUMINUM ALLOYS MELTING PROCESS\*

**AUTHORES:** HERNANDEZ CRISTANCHO, Christian David; JIMENEZ GONZALEZ, Jair Andrés\*\*

**KEYWORDS:** Ni-MH batteries, aluminum alloys, leaching, crystallization, distillation, calcination.

**DESCRIPTION:** The purpose thesis is to obtain alloys with aluminum base from the addition of elements present in the wastes of spent Ni-MH (rechargeable) batteries, add them in the molten aluminum, for the reuse of said batteries, and thus decrease, the pollution produced by these together with the improvement of the properties of aluminum, taking advantage of the aluminothermic phenomenon. By means of which the molten aluminum can reduce the nickel hydroxides present in the batteries. Two valuable products, the black powders and a metallic mesh obtained from the Ni-MH cells, which were use as the variables of the alloys. To obtain the samples the raw material collected in the form of scrap wire is collected and the aluminum melted to have a standard sample of comparison. Then the aluminum melting was perform with the compositions to be study without any other variable. The samples obtained are characterized, both those obtained after the foundries and the ones that are initially held such as powders, mesh and aluminum. Finally, the alloys obtained with the original aluminum were compare to conclude that the addition, even of small amounts of waste from the piles, allows the appearance of solid solutions that increase the hardness of the aluminum.

---

\* Degree Work

\*\* Faculty of Physico-Chemical Engineering. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Director: Pedro Luis Delvasto Angarita.

## INTRODUCCIÓN

Con el pasar de los años es inevitable que la densidad poblacional en nuestro planeta vaya incrementando, y con ello la necesidad de hacer algo con la gran cantidad de desechos que se producen, en especial, aquellos residuos peligrosos que pueden afectar al medio ambiente, contaminando el aire, los recursos hídricos, las aguas subterráneas y la salud de las personas cuando no se realiza un buen manejo y no existe un tratamiento adecuado de almacenamiento o reaprovechamiento. Un residuo o desecho peligroso es aquel residuo o desecho que por sus características corrosivas, reactivas, explosivas, tóxicas, inflamables, infecciosas o radioactivas pueden causar riesgo o daño para la salud humana y el ambiente. Así mismo, se considera residuo o desecho peligroso los envases, empaques y embalajes que hayan estado en contacto con ellos [1].

El avance tecnológico es una fuente potencial de residuos peligrosos, entre los que se pueden encontrar las pilas y baterías. La energía compactada en una pila permite escuchar música, operar a distancia equipos electrónicos y mantener en funcionamiento otros aparatos como cámaras fotográficas y teléfonos celulares. Cuando esa energía se extingue, tiramos la pila a la basura. Ese acto en apariencia inofensivo representa un serio problema, pues las pilas contienen sustancias de elevada toxicidad que amenazan nuestra salud [2].

Algunos de los componentes de las pilas son altamente contaminantes y no son biodegradables y pueden estar en el ambiente por más de 50 años al aire libre. De los metales presentes en las pilas de uso doméstico los más peligrosos son el mercurio, cadmio, manganeso, níquel, zinc y tierras raras [3].

En vista de la situación descrita, el siguiente proyecto académico, busca el reaprovechamiento de los elementos que componen ciertas pilas, específicamente las pilas Ni-MH recargables, y el estudio posterior de las propiedades que se obtienen a través de su adición directa, en aleaciones de aluminio, como una posible opción de reaprovechamiento de estos materiales peligrosos y con el fin de contribuir en la disminución de la contaminación debida a la presencia de pilas y baterías en el medio ambiente.

## **1. OBJETIVOS**

### **1.1. OBJETIVO GENERAL**

Estudiar la incorporación directa de desechos de pilas Ni-MH en el proceso de fusión de aleaciones de aluminio.

### **1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Caracterizar, mediante análisis fisicoquímico, la pila Ni-MH con el fin de conocer sus principales componentes.
- Analizar, mediante un estudio metalográfico, la microestructura de la aleación obtenida en la adición directa de los desechos de pilas Ni-MH en la aleación de aluminio fundida.

## 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1. PILAS NI-MH

En general el funcionamiento de una batería, se basa en una celda electroquímica. Las celdas electroquímicas tienen dos electrodos: El Ánodo y el Cátodo. El ánodo se define como el electrodo en el que se lleva a cabo la oxidación y el cátodo donde se efectúa la reducción.

Para completar el circuito eléctrico, las disoluciones se conectan mediante un conductor por el que pasan los cationes y aniones, conocido como puente de sal (o como puente salino). La corriente eléctrica fluye del ánodo al cátodo porque existe una diferencia de potencial eléctrico entre ambos electrolitos.

El termino correcto para estas pilas es “pilas de níquel e hidruro metálico”. Es un tipo de batería recargable que utiliza un ánodo de oxidróxido de níquel (NiOOH) y el cátodo es de una aleación de hidruro metálico.

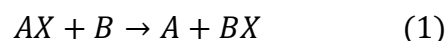
Las principales partes de esta pila son:

- Placas positivas: compuestas de acero niquelado (Co, Al, Mn, C), constituido por partículas muy pequeñas de óxido de níquel y de alta porosidad para que el electrolito penetre libremente en el interior de las placas.

- Placas negativas: compuestas de níquel y elementos de tierras raras como La, Ce, Pr, entre otros, en el que penetra libremente el electrolito, haciendo esponjar las placas, con lo que crece el área eficaz de las mismas, aumentando el rendimiento.
- Separadores: el objetivo primordial de los separadores es impedir el contacto metálico entre las placas de polaridad opuesta. Al mismo tiempo, permiten la conducción electrolítica libre. Los separadores son colocados en las baterías de tres maneras: en forma de placas, en forma de sobres y en forma de sobres envolventes.
- Electrolito: Su función es servir como medio conductor de energía, entre los componentes internos de la batería (KOH).
- Caja de la batería: recipiente que contiene el electrolito y elementos conductores de la corriente. La caja y la cubierta están fabricadas en polipropileno.
- Accesorios complementarios: conectores de plomo, conjuntos de placas positivas y negativas, caja, cubierta y tapones de seguridad. [7].

## 2.2. ALUMINOTERMIA

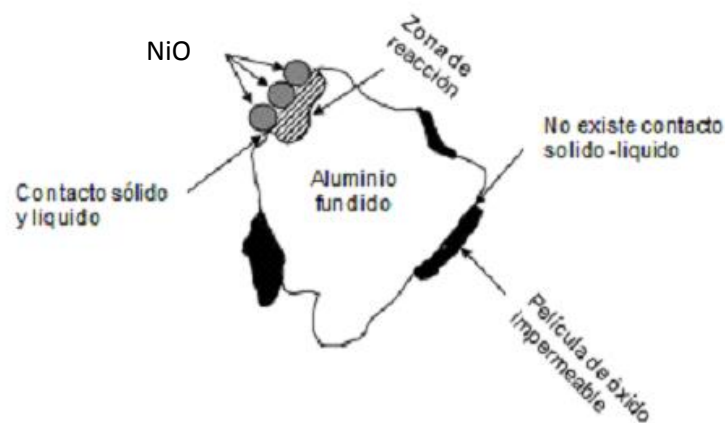
El proceso aluminotermico se relaciona con la producción de metales y aleaciones por la reducción de sus óxidos o haluros con metales. Generalmente, estos procesos pueden ser expresados por la siguiente ecuación:



Donde X es oxígeno, cloro o flúor, y, A y B representan los dos metales. LA principal característica de este proceso es que el metal que está siendo reducido se convierte en un sólido o un líquido, el cual se disuelve en un metal fundido.

Los procesos aluminotermicos son usados cuando la reducción con carbón, hidrogeno o por electrolisis de una solución no es posible. Los metales más comunes usados como reductores son: Al, CA y Mg. La figura 1 muestra una representación esquemática de la reducción aluminotermica, en la cual las partículas de óxido de Níquel (NiO) es reducido por aluminio fundido en el límite [5].

Figura 1. Representación esquemática de la reducción aluminotermica, en la cual las partículas de óxido de Níquel (NiO) es reducido por aluminio fundido en el límite.

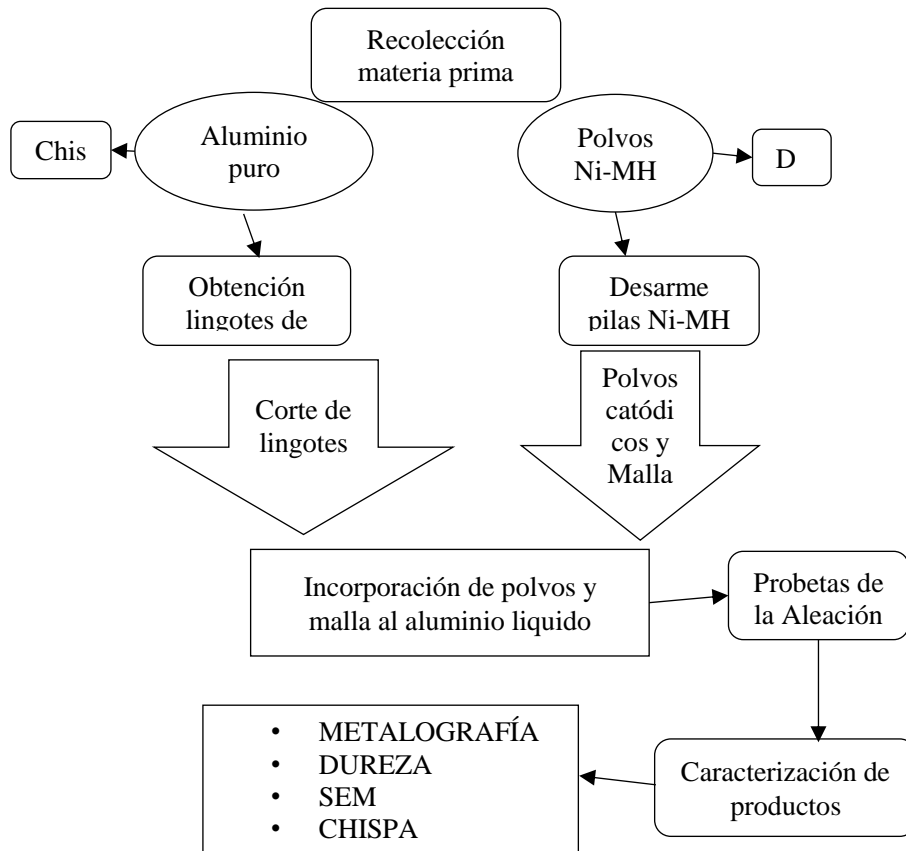


Fuente: TORRES T. J, FLORES VALDEZ A., y ALMANZA ROBLES J.M. (2015). Elaboration of Al-Mn alloys by aluminothermic reduction of  $Mn_2O_3$ . Materials today: proceedings. ELSEVIER.

### 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Después de realizar la revisión bibliográfica para adquirir el conocimiento necesario de los procesos que se deben llevar a cabo para la finalidad de este proyecto, son cuatro las etapas principales que tienen lugar como, se observan en la figura 2, a saber: preparación de la materia prima, caracterización de la materia prima, fusión de los elementos en estudio, caracterización de la aleación obtenida.

Figura 2. Diagrama general del procedimiento experimental.



### **3.1. ALEACIÓN DE ALUMINIO BASE**

El aluminio como materia prima se encuentra en forma chatarra de alambrón con un diámetro promedio de 1/8 de pulgada. Del lote de chatarra de aluminio se separan 10 kg y se funden en el horno de crisol a gas natural para luego ser colado en un molde lingotera de 5x6x3 cm de dimensiones. De los 10 kg de aluminio colado se separa una muestra representativa de 300g que se corta y se funde en el horno de crisol eléctrico para obtener una probeta de igual dimensiones a las esperadas en el estudio. Esta probeta se obtiene con fines comparativos.

### **3.2. POLVO RECUPERADO DE LAS PILAS NI-MH**

Se empleó una muestra de 299,59 g de pilas convencionales (AA-AAA) y baterías asociadas a artefactos electrónicos, proveniente de un lote de pilas y baterías gastadas de diferentes tipos y tamaños recolectados en este trabajo en los puntos de acopio dispuestos en la Universidad Industrial de Santander. Antes de desarmarlas, las pilas fueron totalmente descargadas mediante puentes, para evitar calentamientos excesivos al abrirlas [6] [7].

Los elementos internos obtenidos (ánodos y cátodos activos), se almacenan de tal forma que no se contaminen para usarlos en el siguiente paso. Dichos elementos son; malla anódica, papel separador, polvos catódicos y anódicos, polos, carcasa metálica y envoltura.

Para conocer la cantidad de Ni que contienen las pilas, se parte de un estudio realizado anteriormente por Zambrano Colmenares [8] (ver tabla 1), el procedimiento de cálculo correspondiente se muestra en el anexo A.

Tabla 1. Composición en peso y porcentual de los elementos más representativos presentes en las pilas Ni-MH, a partir de información disponible en la referencia [6].

<b>Elemento</b>	<b>Peso total en 100 g de pilas Ni-MH</b>	<b>% en Peso</b>
<b>Ni</b>	37,613	37,613
<b>Co</b>	3,4837	3,4837
<b>Zn</b>	1,1172	1,1172
<b>La</b>	5,94	5,94
<b>Fe</b>	11,04	11,04

### **3.3. INCORPORACIÓN DEL POLVO ELECTRÓDICO EN EL ALUMINIO**

#### **FUNDIDO**

Para estudiar la incorporación de los desechos de las pilas Ni-MH en el aluminio, se realizaron tres diferentes adiciones de los polvos y de la malla anódica. Se usa el 90% de la capacidad de los crisoles de 130 cm<sup>3</sup> de arcilla refractaria, la formulación empleada en cada mezcla se muestra en la tabla 2.

Tabla 2 Formulación de las adiciones de las diferentes aleaciones producidas en este trabajo.

Nombre de la Muestra	Polvos		Aluminio	
	% Peso	G	% Peso	G
Al-1% Polvos	1	3	99	298
Al-5% Polvos	5	15,68	95	298
Al-5% Malla	5	15,68	95	298

Para la adición de los polvos se siguió la composición mencionada en la tabla 2, y se adicionó 53,8% de polvos catódicos y 46,2% de polvos anódicos.

La presencia de Ni es del 52,11% en los polvos electródicos, por lo tanto, en los 3 g incorporados habrán 1,56 g de Ni, y en 15,68 g de polvos habrán 8,17 g de Ni.

El tiempo de fusión fue de 75 minutos, con 6 minutos de agitación no continua en cada aleación. La agitación se realizó manualmente con una barra de grafito. Y la temperatura alcanzada de fusión es de 740 °C.

Los materiales para realizar la fundición se precalientan en una estufa y el horno de crisol eléctrico se precalienta hasta llegar a una temperatura de 400°C, antes de añadir los crisoles cargados de materias primas. ANALISIS METALOGRAFICO Y ENSAYOS DE DUREZA.

Son cuatro las probetas que se estudian por medio de metalografía, y este análisis se basa en la norma ASTM E3 *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens* [9], que consiste en una serie de procesos tales como corte, desbaste, pulido, análisis microscópico, ataque y prueba de dureza. El análisis microscópico se realizó antes y después de realizar el ataque químico, usando un microscopio óptico *Olympus GX41*.

El ataque químico se realizó según la norma ASTM E407 *Standard practice for Microetching Metals and Alloys* [10]. En el caso de aleaciones de Al, se realiza el ataque sumergiendo la muestra en reactivo de Keller (compuesta por 2mL HF, 3 mL HCl, 5 mL HNO<sub>3</sub> y 190 mL de agua) durante 20 s, seguido con un enjuague con abundante agua y limpieza con alcohol secado con aire caliente, para finalmente revelar sus fases.

Después de la identificación en el microscopio, se efectuó la toma de dureza Rockwell B, que se rige bajo la norma ASTM E18 *Rockwell Hardness and rockwell Suerficial Hardness of Metallic Materials* [11]. Esta prueba se realiza con un indentador de bola de 1/16 de pulgada de diámetro, una pre-carga de 10 kg, y una carga de 100 kg en la maquina WILSON.

La microdureza se realizó con el equipo *INNOVATEST EUROPE BV*, que permite tomar la dureza de las fases encontradas en el análisis microscópico, la carga aplicada es 25gf con un indentador Vickers.

Para la dureza se toman tres medidas y los resultados reportados se obtienen del promedio de dichas mediciones.

### 3.4. OTRAS TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

El ensayo de análisis químico mediante espectroscopia de emisión óptica por chispa se realizó en el equipo *BRUKER ELEMENTAL Q4 TASMAN* bajo la ruta A1110 con un bloque de comparación RA10 y RA19/73, para el cual fue necesario las probetas con mínimo una cara completamente plana y limpia, con el fin de determinar los elementos que se incorporan en las aleaciones.

El equipo usado para realizar el análisis de microscopia electrónica de barrido (SEM/EDS) fue el *FEI QUANTA 650 FEG*, y se aplica este ensayo con el fin de analizar mediante microanálisis químico las fases encontradas en la microscopia.

La difracción de rayos-X se realizó bajo condiciones de 0,4seg, 3,5 a 70° 2theta, cortador alto, 40kV, 40Ma, en el *BRUKER* modelo D8 ADVANCE, para determinar la composición de fases cristalinas presentes en los polvos electrónicos.

## 4. RESULTADOS

### 4.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS

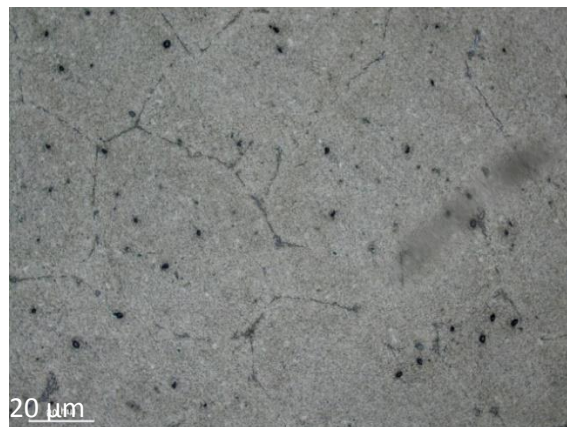
Los resultados de la caracterización del aluminio base realizado por medio del ensayo de chispa arrojan los resultados tabulados en la tabla 3:

Tabla 3. Resultados ensayo de chispa realizado al aluminio base.

Muestra	Elementos %						
	Si	Fe	Cu	Mn	Ni	Pb	Al
Al	0,095	0,251	0,021	0,0020	0,0011	0,0026	99,55

Además de los mencionados elementos se encuentra la presencia en muy pequeñas cantidades de Mg, Cr, B, Ba, Ca, Cd, Zn, In, Ga, Li que se suponen como impurezas del aluminio de la materia prima. De esta manera, el aluminio usado para las pruebas es un aluminio con un porcentaje de pureza de 99,55%.

Figura 3. Micrografía óptica del aluminio base utilizado. Ataque con reactivo de Keller.



En la figura 3, se evidencia la estructura dendrítica característica de los aluminios de alta pureza, junto con los límites dendríticos ocasionados por la diferencia de dirección del crecimiento de las dendritas y poros presentes [12].

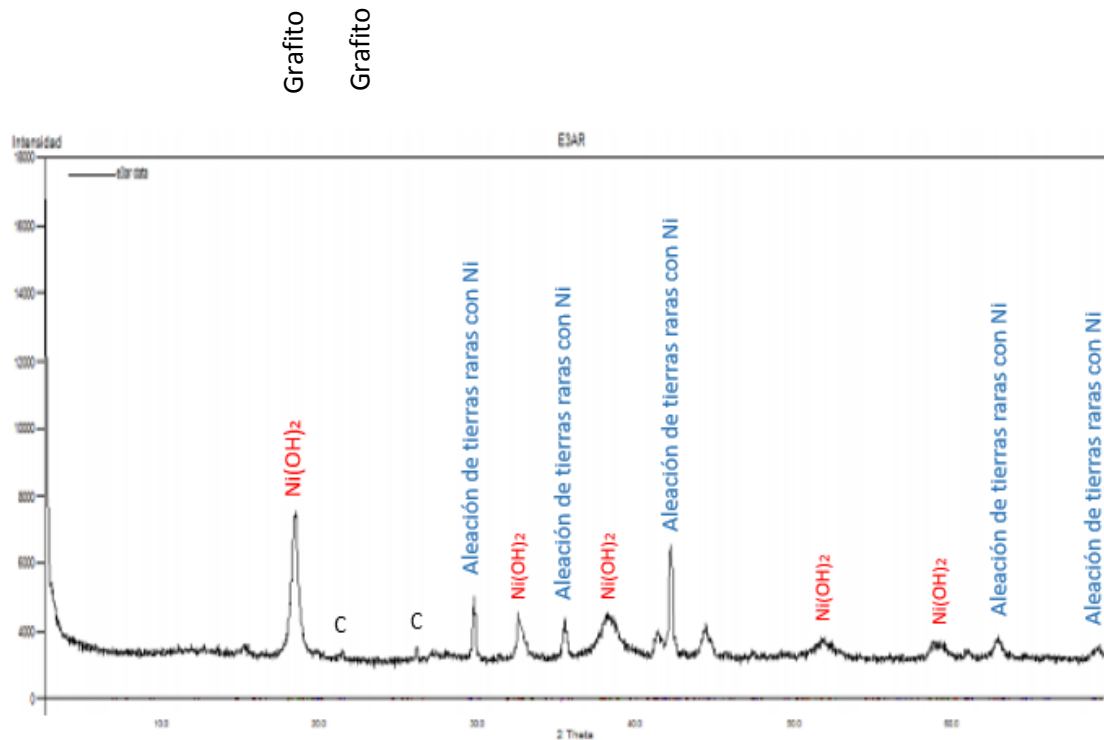
La prueba de Difracción de Rayos X se realizó en un difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con Geometría DaVinci, donde los especímenes seleccionados de la muestra fue molturado y homogenizado en un mortero de ágata y llevados a un tamaño de partícula menor a 38  $\mu\text{m}$  (400 mesh). Posteriormente, los especímenes seleccionados de la muestra de polvos electrónicos fueron montados en un porta muestra de polimetilmetacrilato (PMMA) mediante la técnica de llenado frontal.

Los análisis cualitativos de las fases presentes en los especímenes seleccionados de las muestras se realizaron mediante la comparación de los perfiles observados con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del International Centre for Diffraction Data (ICDD) nombrados en la tabla 4 y representados en la figura 4.

Tabla 4. Fases cristalinas identificadas con ayuda de la base de datos PDF-2 del International Centre for Diffraction Data (ICDD) en los polvos electrónicos.

<b>FASE</b>	<b>PDF No.</b>	<b>NOMBRE</b>
Ni(OH) <sub>2</sub>	010-74-2075	Hidróxido de níquel
C	010-71-3739	Grafito-2H
Tm <sub>0,2</sub> La <sub>0,61</sub> Nd <sub>0,14</sub> Pr <sub>0,05</sub> Ni <sub>3,56</sub> CO <sub>3,05</sub> Al <sub>0,29</sub> Mn <sub>0,4</sub>	010-76-7723	Aleación de tierras raras con Ni

Figura 4. Análisis comparativo por difracción de rayos X de las fases identificadas en el espécimen seleccionado en el laboratorio con código interno E3AR.



Para la caracterización de la malla anódica, se toma una previamente realizada en el trabajo de investigación de Zambrano [8] y se concluye que los elementos en mayor cantidad presentes en dicha malla son Co (0,22%), Fe (92%), Ni (5,90%) y Zn (0,11%).

#### 4.2. CARACTERIZACIÓN DE LOS PRODUCTOS

Las probetas obtenidas de la incorporación de los polvos, fueron analizadas por medio de metalografía, espectroscopia de emisión óptica por chispa y microscopia electrónica de barrido.

El ensayo de chispa, permite observar los elementos que están inmersos en las aleaciones. Aquellos elementos incorporados que variaron su cantidad presente se encuentran en la tabla 5. De esta tabla, es posible apreciar que la mayor cantidad de Ni se obtuvo con la incorporación de 5% de polvos Ni-MH con un valor de 0,062% que es 23 veces mayor al del aluminio base. Este aumento se debe a que la cantidad de Ni en los polvos catódicos es mayor que en la malla anódica.

Tabla 5. Resultados ensayo de chispa realizado a las probetas obtenidas de la incorporación de los polvos y la malla anódica.

	<b>Al-1% polvos</b>	<b>Al-5% polvos</b>		<b>Al-5% Malla</b>
Si	0,348	0,471	1,22	
Fe	0,107	0,2	0,207	
Cu	0,0089	0,017	0,252	
Mn	-	0,0086	0,0034	
Ni	0,0027	0,062	0,021	
Zn	0,013	0,019	0,024	
Ga	0,0098	0,011	0,012	
In	0,0046	0,0071	0,0054	
Li	0,00078	0,0013	0,00074	
P	0,0054	0,0049	0,006	
Pb	0,0052	0,0065	0,065	
Al	99,46	99,05	98,13	

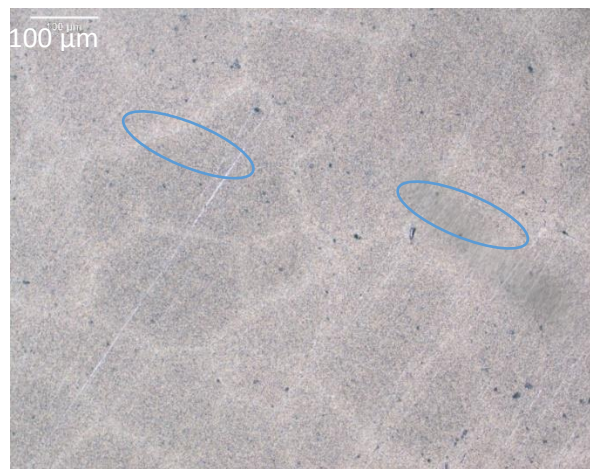
Además de los elementos mencionados se encuentra la presencia en muy pequeñas cantidades de Mg, Cr, B, Ba, Ca, Cd, sin variaciones en las probetas, por lo tanto se toman como impurezas del aluminio de la materia prima.

La pureza de la aleación de Al es más baja cuando se adiciona 5% de malla anódica. La adición de la malla permite que la presencia de Si aumente, caso contrario a lo que sucede con el Ni, que se hace mayor su presencia al adicionar 5% de polvos (tabla 5). El Fe sufre una baja considerable cuando se adiciona solo 1% de polvos.

Cabe anotar, que una variación considerable sucede con el Cu, cuya mayor presencia es posible gracias a la adición de 5% de malla anódica.

Con el análisis metalográfico, se logra ver en la figura 5 y figura 6 una fase diferente, alargada, que no corresponde con algún defecto de la preparación metalográfica de las probetas. Se podría decir, que en la figura 5, la fase alargada, es subsecuente de alguna reacción del fundido con el polvo electrodico de las pilas.

Figura 5. Micrografía óptica del aluminio con adición de 1% de polvos de Ni-MH, Ataque con reactivo de Keller.



Una adición pequeña de los polvos Ni-MH (1%) hace notar con mayor claridad la formación de los granos dados por la diferencia de la dirección del crecimiento dendrítico, en comparación con la figura 2 del aluminio puro, junto con una fase alargada que no estaba presente y precipitados oscuros, a su vez la disminución de poros presentes.

Cuando se adiciona una mayor cantidad de polvos, 5% polvos de Ni-MH al aluminio, aparecen una gran cantidad de precipitados dispersos en toda la probeta (figura 7), e igualmente líneas punteadas que pueden presentar disolución de los polvos con el aluminio, permitiendo así, la formación de fases alargadas y precipitados definidos como los que se ven en la figura 8. Aunque, otros precipitados pueden simplemente ser polvos que no se han mezclado aun con el aluminio pero quedaron incorporados.

Figura 6. Micrografía óptica del aluminio con adición de 1% de polvos de Ni-MH, Ataque con reactivo de Keller.

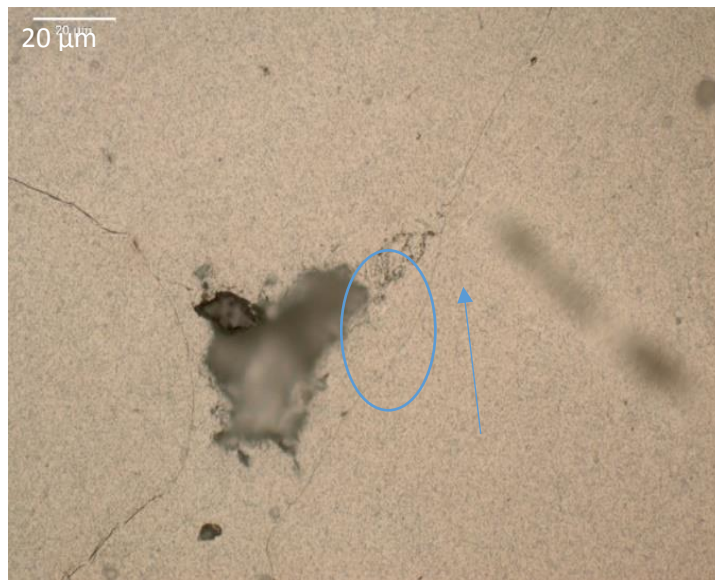
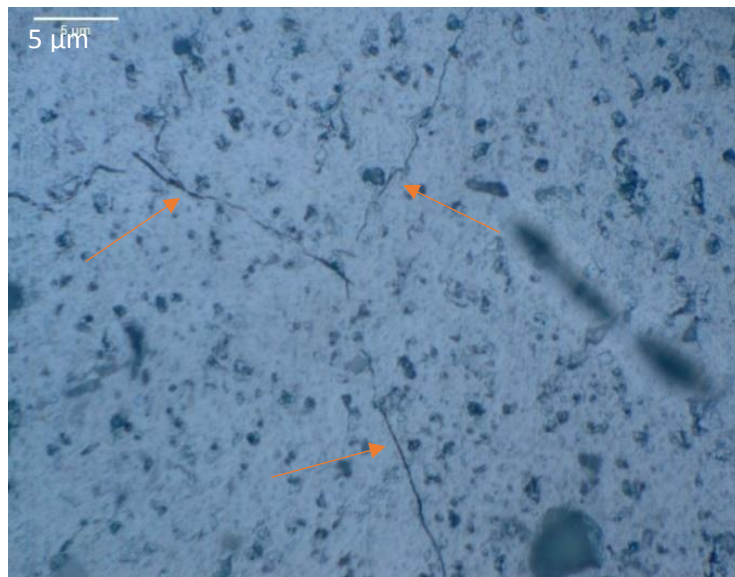


Figura 7. Micrografía óptica del aluminio con adición de 5% de polvos Ni-MH, Ataque con reactivo de Keller.



Figura 8. Micrografía óptica del aluminio con adición de 5% de polvos Ni-MH, Ataque con reactivo de Keller.



Los límites de grano aparecen en las figuras 5, 7, y 8, con diferencia que en esta última imagen, están rodeados de precipitados en mayor cantidad

La incorporación de la malla anódica con el aluminio (figura 10) permite obtener una estructura con límites de grano más definidos y una mayor aparición de fases interdendríticas, y precipitados (figura 11) de mayor tamaño que los observados en la figura 9.

Figura 9. Micrografía óptica del aluminio con adición de 5% de polvos Ni-MH, Ataque con reactivo de Keller.

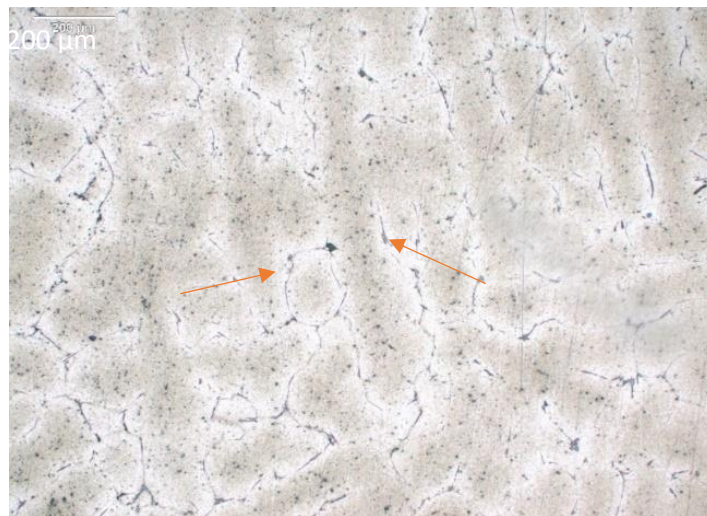


Figura 10. Micrografía óptica del aluminio con adición de 5% de malla anódica de las pilas Ni-MH. Ataque con reactivo de Keller.

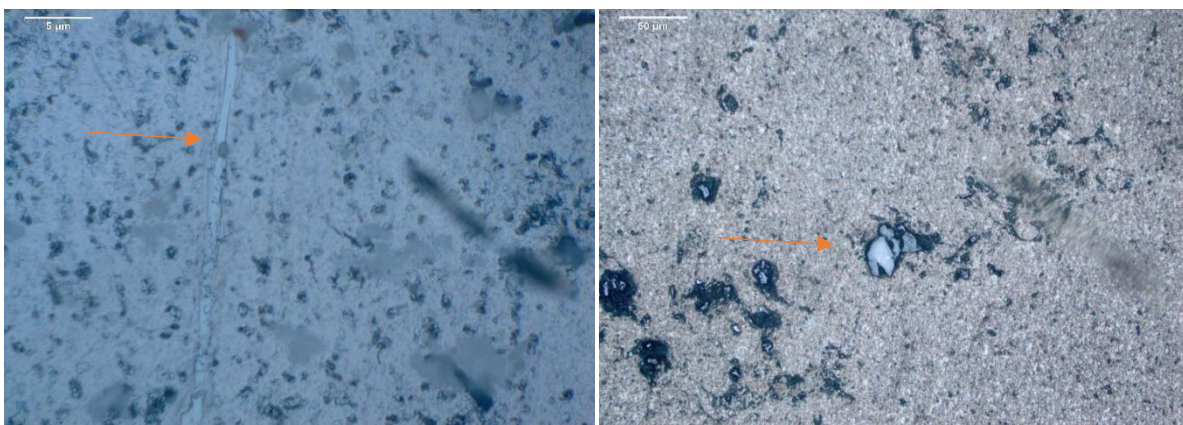
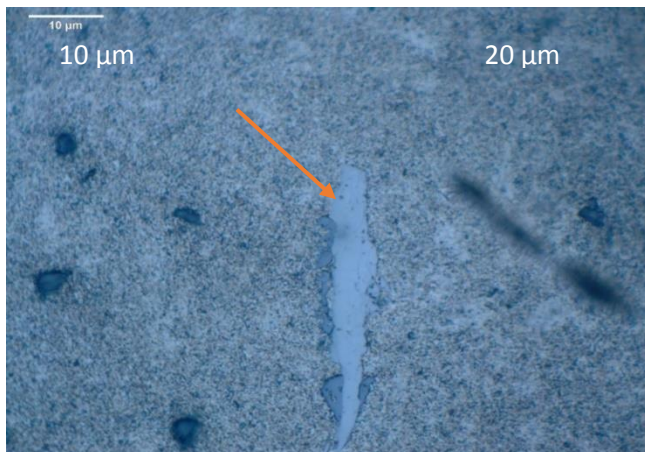


Figura 11. Micrografía óptica del aluminio con adición de 5% de malla anódica de las pilas Ni-MH. Ataque con reactivo de Keller.

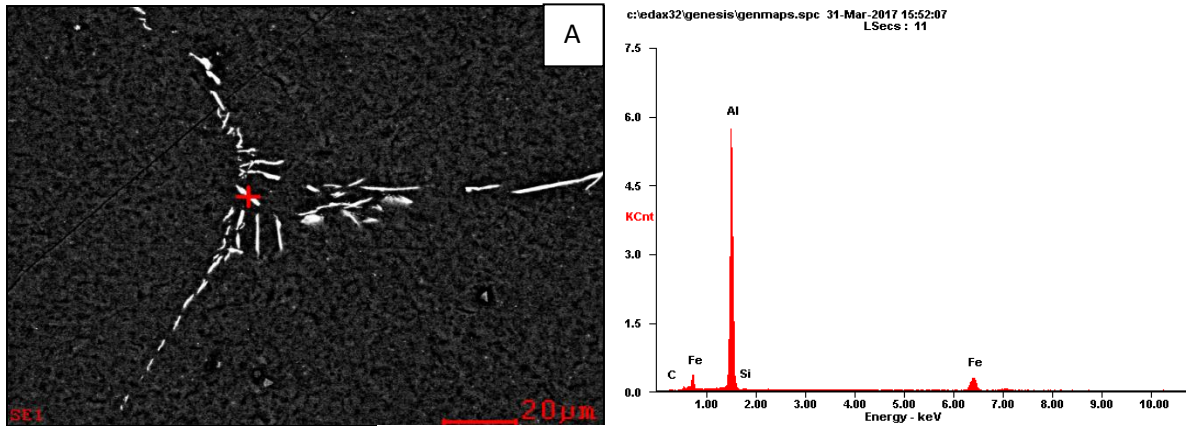


Para la caracterización SEM/EDS, se tomaron las muestras Al y Al-5% polvos, como muestra de referencia y muestra en la que se encontró mayor porcentaje de Ni, respectivamente, y los resultados se muestran en las figuras 12 y 11.

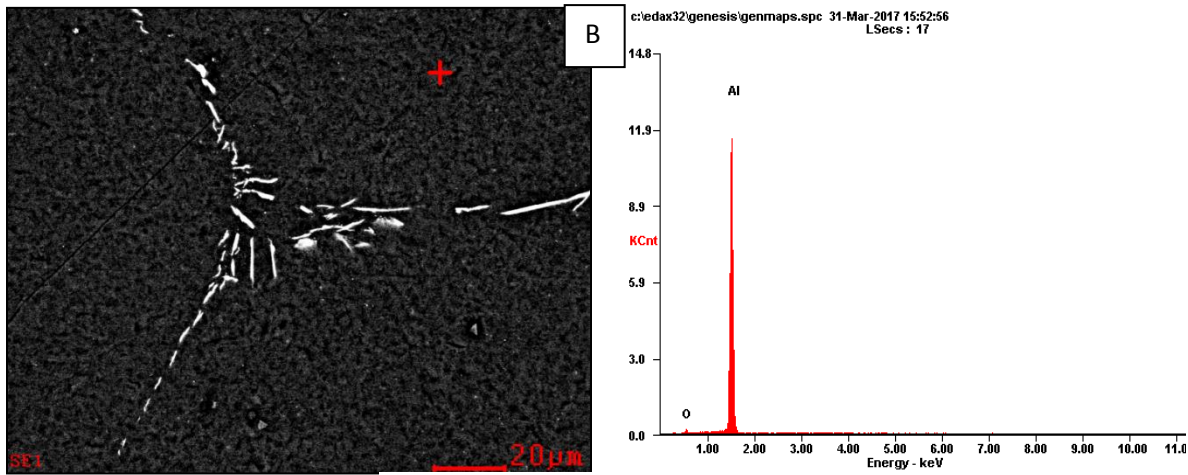
En una de las fases encontradas, se realizó un microanálisis químico elemental lineal por EDS (señalado en la figura 14) que permite realizar sobre cada punto de la línea un análisis cualitativo y cuantitativo de composición química.

Gracias a los datos arrojados por este estudio, es posible realizar una gráfica (figura 15.) que da una visual de lo que está sucediendo sobre este microanálisis químico lineal por EDS.

Figura 12. Análisis EDS-SEM realizado sobre la muestra Al. A la izquierda, zona de la microestructura en la que se efectúa la medición, a la derecha el espectro de dispersión de energía. La tabla embebida muestra la cuantificación del espectro. (A) Fase interdendrítica y B) la matriz de la muestra Al.

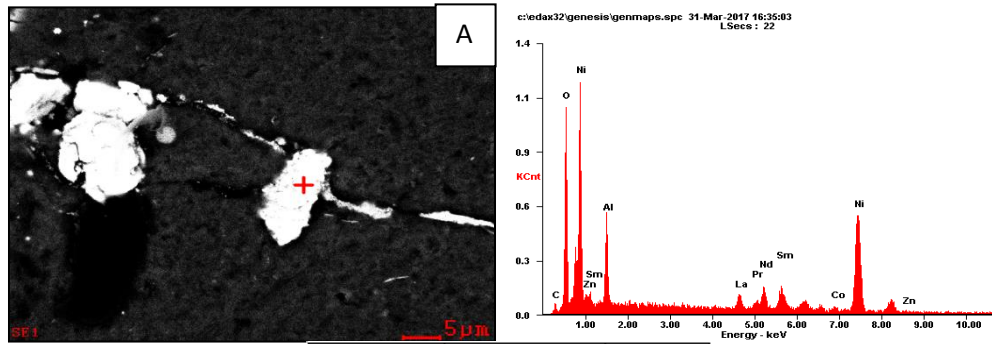


Element	Wt%	At%
CK	01,99	04,88
AlK	75,71	82,90
SiK	00,80	00,84
FeK	21,51	11,38
Matrix	Correction	ZAF

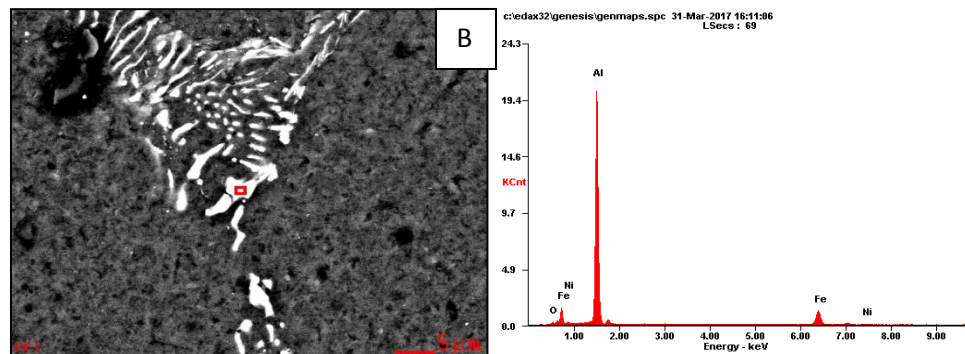


Element	Wt%	At%
OK	03,47	05,71
AlK	96,53	94,29
Matrix	Correction	ZAF

Figura 13. Análisis EDS-SEM realizado sobre la muestra Al-5% polvos. A la izquierda, zona de la microestructura en la que se efectúa la medición, a la derecha el espectro de dispersión de energía. La tabla embebida muestra la cuantificación del espectro. (A) Precipitado cerca de la fase interdendrítica y B) fase interdendrítica.



Element	Wt%	At%
CK	02,04	06,63
OK	17,69	43,12
AlK	09,54	13,78
LaL	05,65	01,59
PrL	00,49	00,14
NdL	09,86	02,66
SmL	10,36	02,69
CoK	01,10	00,73
NiK	42,17	28,01
ZnK	01,10	00,66
Matrix	Correction	ZAF



Element	Wt%	At%
OK	01,35	02,58
AlK	74,58	84,32
FeK	22,40	12,24
NiK	01,67	00,87
Matrix	Correction	ZAF

Figura 14. Microanálisis elemental lineal por EDS realizada a una fase encontrada en la probeta Al-5% polvos por medio del análisis de microscopía óptica de barrido SEM.

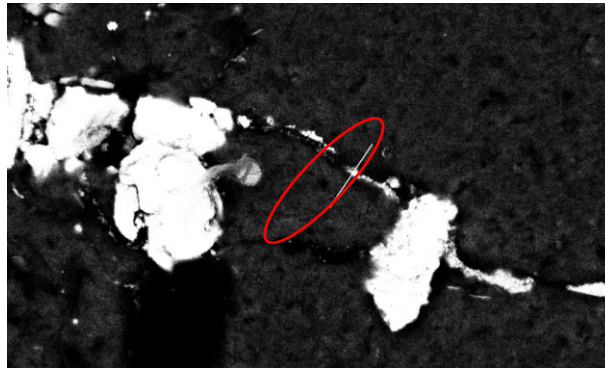
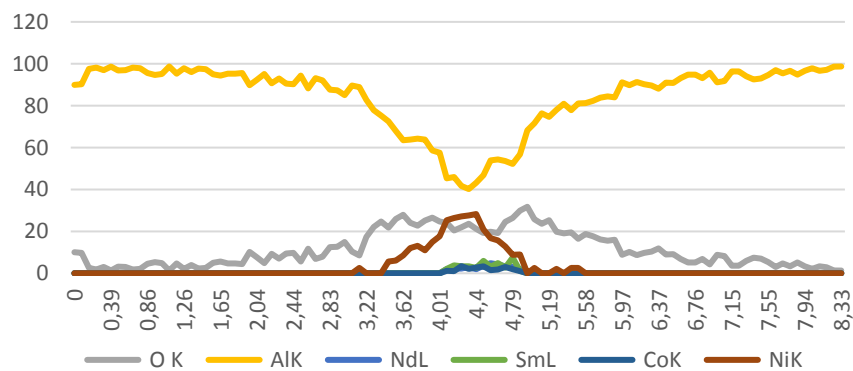


Figura 15. Perfil lineal de composición elemental obtenida mediante EDS-SEM en la zona marcada sobre la figura 13. Se analizaron los siguientes elementos: Al, Ni, O, Sm, Nd y Co.



Después de realizar la prueba de dureza bajo la norma ASTM E18, se obtienen los resultados que se muestran en la Tabla 6. En la tabla 6 también se muestran los valores convertidos a dureza Brinell en un ensayo realizado bajo 500 gf con una bola de diámetro de 10 mm, para ser comparados con aleaciones blandas.

Tabla 6. Resultados de la prueba de dureza ASTM E18.

<b>Muestra</b>	<b>Dureza HRB</b>	<b>Dureza HB</b>
<b>Aluminio</b>	21	62
<b>1% Polvos</b>	21,4	-
<b>5% Polvos</b>	21,7	-
<b>5% Malla</b>	26,5	65

La unidad de medida de microdureza tomada en este trabajo de grado es HV o Dureza Vickers.

Para la probeta de Al el resultado de la medida de microdureza es de 30.87 HV.

Para la probeta de Al-1% polvos se encuentran dos diferentes fases:

Tabla 7. Resultados de la prueba de microdureza Al-1% polvos.

<b>Fase</b>	<b>Micro dureza HV</b>
Matriz	25,5
Fase interdendritica	31,4

Para la probeta de Al-5% polvos se encuentran 4 diferentes fases mostradas en la tabla 8.

Tabla 8. Resultados de la prueba de microdureza Al-5% polvos.

<b>Fase</b>	<b>Micro dureza HV</b>
Matriz	31
Fase interdendritica	35,2
Precipitado negro	48,1
Fase gris	39,3

Para la probeta de Al-Malla se encuentran 3 fases, y la tabla 9 resume las medidas tomadas.

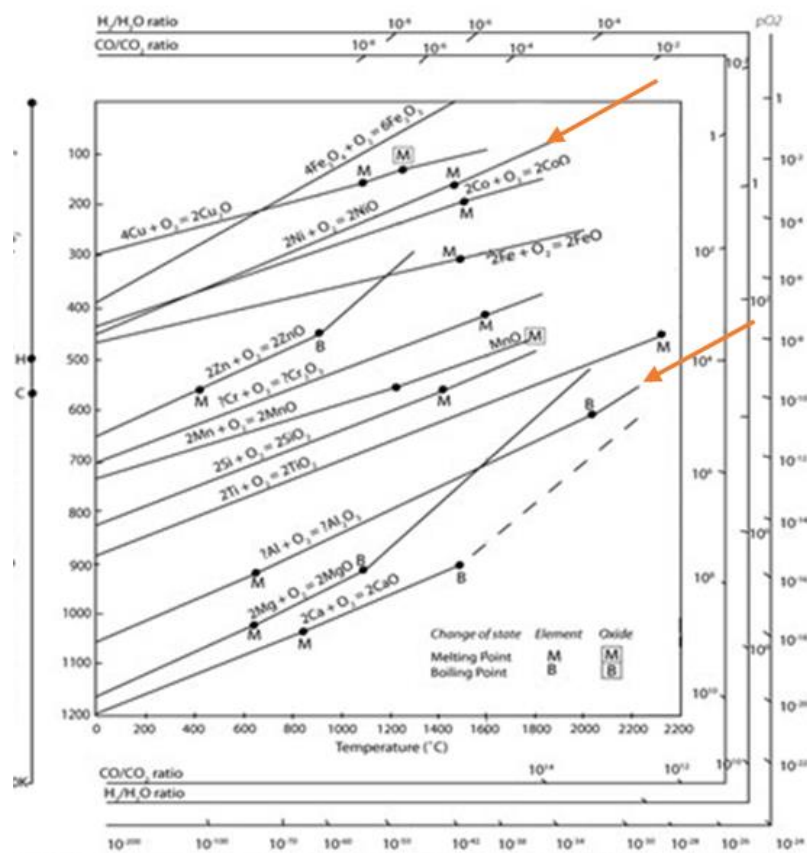
Tabla 9. Resultados de la prueba de microdureza Al-5% malla.

<b>Fase</b>	<b>Micro dureza HV</b>
Matriz	32,4
Fase gris	51,6
Fase alargada	43,6

## 5. ANÁLISIS DE RESULTADOS

La aluminotermia [13], es el fenómeno en el cual se basa el estudio en proceso, donde el aluminio reduce el óxido de otro elemento debido a la mayor afinidad existente de este con el oxígeno que con dicho elemento. Para demostrar la afinidad termodinámica, se recurre al diagrama Ellingham (Figura 16) [14] donde se puede predecir la ocurrencia (dada por la energía libre de Gibbs estándar) de la formación de los óxidos de algunos elementos en función de la temperatura.

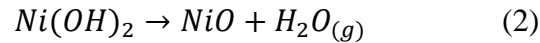
Figura 16. Diagrama de Ellingham para el Al y el Ni



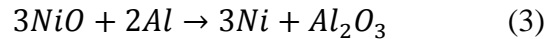
Fuente: DAUTZENBERG, W.: Aluminotermie, Ullmanns Encyclopedia of industrial Chemistry, 1972, Vol. 7

Los análisis de difracción de rayos X en la tabla 4, indican que el níquel está presente en las pilas bajo la forma de una aleación de tierras raras y también como hidróxido de níquel. Esto es congruente con la literatura consultada [15].

El hidróxido de níquel se calcina debido a la alta temperatura dentro del horno, bajo la reacción (2)



Que da lugar al óxido de níquel, el cual puede reducirse en presencia de aluminio líquido de acuerdo con la reacción (3). Esta reacción es posible, gracias a la diferencia de energía libre de Gibbs de la reacción de los óxidos del níquel y el aluminio, tal como se puede observar en el diagrama de Ellingham de la figura 15.



La reducción del óxido de níquel, en una forma similar a lo propuesto por Bohi [16], permite que el Ni liberado pueda disolverse en el aluminio, para de esta manera, formar una aleación con mejores propiedades mecánicas, y en este trabajo se estudia la dureza para corroborar este efecto. Los resultados de dureza correspondientes, se muestran en las tablas 7, 8 y 9. Tal como indica Gilbert [17], las adiciones de metales como Ni y Fe aumentan la dureza de las aleaciones de aluminio, permitiendo la formación de fases como las mostradas en las figuras 6, 9, y 13 con valores mayores de micro dureza mostrados en las tablas 6-8 en comparación al aluminio estándar que tiene una micro dureza de 30,87 HV.

Según los resultados obtenidos en la figura 15 dados por el microanálisis químico lineal por EDS, se observa como el Ni y otros elementos de las tierras raras están disolviéndose a medida

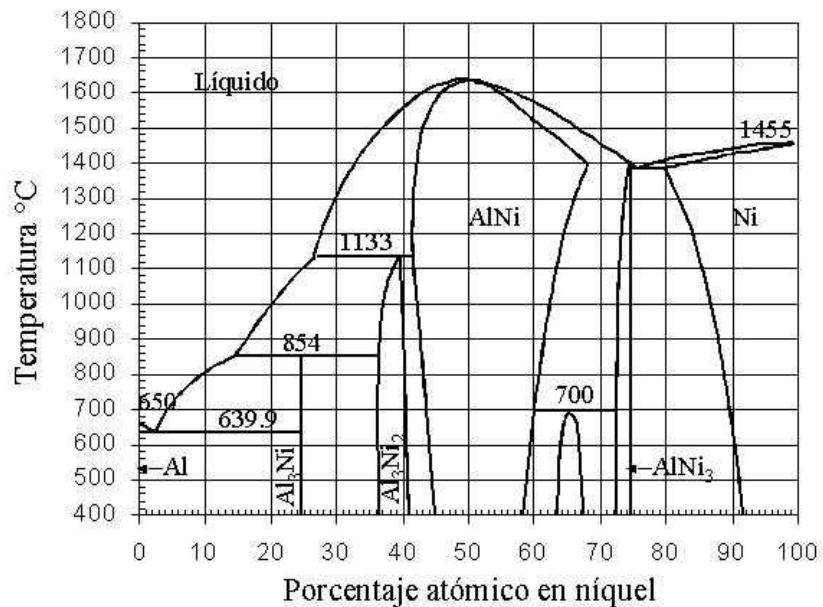
que se encuentran con el aluminio, esto reafirma el hecho de que es necesario un mayor tiempo de reacción para que la totalidad de la incorporación se dé, permitiendo hallar valores mayores de Ni en la aleación que los que se obtuvieron, tal como se observa en los análisis químicos por espectroscopia de emisión óptica por chispa en la tabla 4.

La limitación cinética observada en este trabajo pudiera obedecer, entre otras razones, la mojabilidad del aluminio es baja, por lo que su tensión superficial es elevada (914 dyn/cm) [18], [19] y la solubilidad del Ni en el Al es de apenas 0,04% en peso, como se ve en la figura 17. La mojabilidad es posible aumentarla con la adición de algún agente surfactante que disminuya la tensión superficial del aluminio fundido. Este efecto ha sido descrito previamente para el sistema Al-Mn [20], donde el magnesio añadido cumple con este papel. En dicho trabajo los investigadores Torres Torres y colaboradores [20] estudiaron la incorporación de manganeso de residuos de pilas alcalinas en aluminio fundido, encontrando que la adición de estos agentes surfactantes facilitaba la reducción aluminotérmica del  $MnO_2$  para formar una aleación de aluminio y manganeso. En el sistema estudiado en el presente trabajo (Al-Ni), los contenidos de magnesio en las aleaciones producidas fueron muy bajos, como se evidencia en la tabla 4, lo cual podría ser la causa de la poca reactividad observada para este sistema.

No obstante debe tenerse en cuenta que el Al y Ni forman fases intermetálicas, que en el caso de aleaciones de aluminio con bajo contenido de Ni, serían del tipo  $Al_3Ni$  tal como se aprecia en la figura 17. Esta fase forma un subdiagrama eutéctico con el aluminio puro, de manera que es de esperar encontrarla en los espacios interdendríticos de la aleación de aluminio como en efecto es el caso y se muestra en la figura 13 (B), en la cual se identificó la presencia de Ni en una fase

intermetálica en la cual también se incorporaron otros elementos que están presentes en la aleación (principalmente Fe). Y corroborando con el microanálisis químico lineal por EDS de la figura 15, se podría decir que si reaccionaron porque al acercarse sobre la línea a la fase en estudio la presencia de Ni aumenta a la vez que disminuye el Al, lo que supone que esta fase, estudiada también por análisis SEM/EDS en el Anexo B(a), es la fase intermetálica  $Al_7Fe_{0,99}Ni_{0,01}$ , cuya dureza es mayor al Al según lo observado en la tabla 9.

Figura 17. Diagrama de fases para el Al y el Ni.



Fuente: DAN, B., ANGEL, A., Critical Analysis of Al-Ni Phase Diagrams, Metalurgia International, 2006, 11, 36-45

La temperatura a la cual se da la reacción eutéctica entre el Al y el Ni, es 639,9 °C con 3% de Ni, produciéndose una fase intermetálica Al<sub>3</sub>Ni [5], si bien esta fase no se encontró sino que más bien el análisis por EDS de la fase encontrada indica que es del tipo  $Al_7Fe_{1-x}Ni_x$  en donde X se encontró que tiene un valor de 0,01, la cual se muestra en la figura 13 (B). Es por esta razón y

por lo mencionado en el párrafo anterior, que se cree que con una mayor cantidad de tiempo de reacción hubiese sido posible que se diera el proceso aluminotérmico en su totalidad. Es también posible, que debido a las densidades del óxido de níquel ( $6,67 \text{ g/cm}^3$ ) y del aluminio ( $2,70 \text{ g/cm}^3$ ) [5], los polvos se depositen al fondo del crisol evitando así la reacción con el aluminio y, pudiera ser que, una agitación mecánica permanente, permita que la cinética de la reacción aumente al dejar en suspensión los polvos dentro del aluminio líquido, aumentando el área de contacto entre los elementos [21] [22].

## 6. CONCLUSIONES

- Fue posible obtener aleaciones de Al-Ni aplicando la reducción metalotérmica del  $\text{Ni(OH)}_2$ , presente en los desechos de las pilas Ni-MH con aluminio líquido como agente reductor, lográndose aleaciones de aluminio con concentraciones de hasta 0,062% de níquel.
- Se encontró la aparición de fases intermetálicas insolubles en los espacios interdendríticos de la aleación, del tipo  $\text{Al}_7\text{Fe}_{0,99}\text{Ni}_{0,01}$  que incrementaron los valores de dureza encontrados en la aleación, con respecto al aluminio puro utilizado.
- La ausencia de un agente surfactante en el sistema Al-Ni(OH)<sub>2</sub> estudiado en este trabajo pudo haber causado una baja cinética de reacción que hiciera que la incorporación de níquel en el aluminio fuera baja. Es recomendable por tanto, que en futuras investigaciones se agreguen agentes tales como el Mg para que se mejore esta propiedad y, por tanto, se incremente el rendimiento del proceso.

## 7. RECOMENDACIONES

- Posiblemente una agitación mecánica permanente, permita que la cinética de la reacción aumente al dejar en suspensión los polvos dentro del aluminio líquido.
- La mojabilidad es posible aumentarla con la adición de algún agente surfactante que disminuya la tensión superficial del aluminio fundido.
- Un mayor tiempo de reacción para que la totalidad de la incorporación se dé, permitiendo hallar valores mayores de Ni en la aleación que los que se obtuvieron.
- Se recomienda estudiar la influencia de la presencia de otros elementos presentes, diferentes al Ni, en cada proceso de reciclaje de pila Ni-MH.

## REFERENCIAS

- [1]. Decreto 4741 de diciembre de 2005 (Residuos Peligrosos): Por el cual se reglamenta parcialmente la prevención y manejo de los residuos o desechos peligrosos generados en el marco de la gestión integral.
- [2]. Proceso de recuperación de pilas y lámparas todo tipo. SITRASA, al servicio del ambiente. México.
- [3]. Sistema de gestión de residuos peligrosos (pilas y baterías). Facultad de ingeniería geológica, minera, metalúrgica y geográfica. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Perú.
- [4]. ZHU, Ying; ZHU, Wenhua; DAVIS, Zenda AND TATARCHUK, Bruce. Simulation of Ni-MH Batteries via an equivalent circuit model for energy storage applications. Academic editor: Claudio Fontanesi. January 2016.
- [5]. TORRES T. J, FLORES VALDEZ A., y ALMANZA ROBLES J.M. (2015). Elaboration of Al-Mn alloys by aluminothermic reduction of  $Mn_2O_3$ . Materials today: proceedings. ELSEVIER.
- [6]. D. LINDEN AND T. REDDY, Eds., *Handbook of Batteries*, 3rd ed. New York, United States of America: The McGraw-Hill Companies, 2002.

[7]. A. CORREIA AND MARTÍN M., "Potencial impacto ambiental de la disposición final de baterías usadas de teléfonos celulares en vertederos municipales," *Revista Ingeniería UC*, vol. 11, no. 3, pp. 41-51, 2004.

[8]. ZAMBRANO COLMENARES, Antonio Ramón, "Caracterización y Valoración de los metales peligrosos contenidos en los materiales electrónicos de pilas y baterías gastadas de Ni-MH", Trabajo de grado, Universidad Simón Bolívar, Sartenejas, Julio 2013.

[9]. ASTM E3-01. Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. ASTM International 2007.

[10]. ASTM E407 Standard practice for Microetching Metals and Alloys.

[11]. ASTM E-18-08. Standard test method for Rockwell Hardness of metallic materials.

[12]. MASSALSKI B., Binary Alloy Phase Diagrams (ASM International, Metals Park, OH, 1986)

[13]. DAUTZENBERG, W.: Aluminothermie, Ullmanns Encyclopedia of industrial Chemistry, 1972, Vol. 7

[14]. DAN, B., ANGEL, A., Critical Analysis of Al-Ni Phase Diagrams, *Metalurgia International*, 2006, 11, 36-45

[15]. SHIN S.M., SHIN D.J., JUNG G.J., KIM Y.H., WANG J.P. (2015). Recovery of electrodic powder from spent nickel-metal hydride batteries (NiMH). Archives of metallurgy and materials. Volume 60.

[16]. BOHI B., MURTHY B.V.R., DATTA P., JOUHARI A.K. Studies on Alumithermic reduction of manganese ore for Ferro-Manganese making. NML, Jamshedpur 831007.

[17]. GILBERT K, ROOY J., ELWIN L. (2004) Aluminum Alloy Castings. Propierties, processes and aplications. ASM International.

[18]. LANGLAIS and R. HARRIS. (1991). Master´s thesis. McGill University Montreal, Canada.

[19]. Aluminum Properties and Physical Metallurgy. Ed. By American Society for Metals. USA (20059 15-16).

[20]. ASM Handbook volumen 2. Propierties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials. 10<sup>a</sup> edición. 1991.

[21]. GOMEZ M. Orlando J. (1990). Fabricación de Ferroalaciones por aluminotermia. Universidad industrial de Santander.

[22]. ALONSO B., Arnaldo. (2014). Manual de elaboración de aleaciones. Universidad Industrial de Santander.

## BIBLIOGRAFÍA

ALONSO B., Arnaldo. (2014). Manual de elaboración de aleaciones. Universidad Industrial de Santander.

Aluminum Properties and Physical Metallurgy. Ed. By American Society for Metals. USA (20059 15-16).

ASM Handbook volumen 2. Propierties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials. 10<sup>a</sup> edición. 1991.

ASTM E3-01. Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. ASTM International 2007.

ASTM E407 Standard practice for Microetching Metals and Alloys.

ASTM E-18-08. Standard test method for Rockwell Hardness of metallic materials.

BOHI B., MURTHY B.V.R., DATTA P., JOUHARI A.K. Studies on Alumithermic reduction of manganese ore for Ferro-Manganese making. NML, Jamshedpur 831007.

CORREIA A AND MARTÍN M., "Potencial impacto ambiental de la disposición final de baterías usadas de teléfonos celulares en vertederos municipales," *Revista Ingeniería UC*, vol. 11, no. 3, pp. 41-51, 2004.

DAN, B., ANGEL, A., Critical Analysis of Al-Ni Phase Diagrams, *Metalurgia International*, 2006, 11, 36-45

DAUTZENBERG, W.: Aluminothermie, *Ullmanns Encyclopedia of industrial Chemistry*, 1972, Vol. 7

Decreto 4741 de diciembre de 2005 (Residuos Peligrosos): Por el cual se reglamenta parcialmente la prevención y manejo de los residuos o desechos peligrosos generados en el marco de la gestión integral.

GILBERT K, ROOY J., ELWIN L. (2004) Aluminum Alloy Castings. Properties, processes and applications. ASM International.

GOMEZ M. Orlando J. (1990). Fabricación de Ferroalaciones por aluminotermia. Universidad industrial de Santander.

LANGLAIS and R. HARRIS. (1991). Master's thesis. McGill University Montreal, Canada.

LINDEN D AND REDDY T, Eds., *Handbook of Batteries*, 3rd ed. New York, United States of America: The McGraw-Hill Companies, 2002.

MASSALSKI B., *Binary Alloy Phase Diagrams* (ASM International, Metals Park, OH, 1986)

Proceso de recuperación de pilas y lámparas todo tipo. SITRASA, al servicio del ambiente. México.

SHIN S.M., SHIN D.J., JUNG G.J., KIM Y.H., WANG J.P. (2015). Recovery of electrodic powder from spent nickel-metal hydride batteries (NiMH). *Archives of metallurgy and materials*. Volume 60.

Sistema de gestión de residuos peligrosos (pilas y baterías). Facultad de ingeniería geológica, minera, metalúrgica y geográfica. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Perú.

TORRES T. J, FLORES VALDEZ A., y ALMANZA ROBLES J.M. (2015). Elaboration of Al-Mn alloys by aluminothermic reduction of  $Mn_2O_3$ . *Materials today: proceedings*. ELSEVIER.

ZAMBRANO COLMENARES, Antonio Ramón, “Caracterización y Valoración de los metales peligrosos contenidos en los materiales electrónicos de pilas y baterías gastadas de Ni-MH”, Trabajo de grado, Universidad Simón Bolívar, Sartenejas, Julio 2013.

ZHU, Ying; ZHU, Wenhua; DAVIS, Zenda AND TATARCHUK, Bruce. Simulation of Ni-MH Batteries via an equivalent circuit model for energy storage applications. Academic editor: Claudio Fontanesi. January 2016.

## ANEXOS

### ANEXO A

Para conocer la cantidad de Ni que contienen las pilas, se parte de un estudio realizado anteriormente por Zambrano Colmenares [6], en cuyo trabajo se estableció que las pilas Ni-MH están compuestas (% másico) de la siguiente manera:

- Malla anódica: 6%
- Polvos anódicos: 33%
- Polvos catódicos: 38,5%
- Otros (plásticos y chapa metálica): 22,5%

Según el estudio realizado por Zambrano [6], los polvos catódicos tienen una composición (% másico) de 53% Ni; 3,7% Co y 2,9% Zn, entre otros elementos [6]. Por su parte, los polvos anódicos tienen una composición de 50% Ni; 18% La y 6,2% Co, entre otros elementos en menor composición [6]. La composición de la malla anódica fue de: 92% Fe y 5,9% Ni, entre otros elementos en menor proporción [6].

Se parte entonces en el presente trabajo, de una base de cálculo de 100g de pila. En donde 38.5g son polvos catódicos, 33g polvos anódicos y 6g malla metálica.

Para los polvos catódicos se tiene:

$$38,5 \text{ g } Pc * 0,53 \frac{\text{g Ni}}{\text{g Pc}} = 20,405 \text{ g Ni} \quad (1)$$

$$38,5 \text{ g } Pc * 0,037 \frac{\text{g Co}}{\text{g Pc}} = 1,4245 \text{ g Co} \quad (2)$$

$$38,5 \text{ g } Pc * 0,029 \frac{\text{g Zn}}{\text{g Pc}} = 1,1165 \text{ g Zn} \quad (3)$$

Para los polvos anódicos:

$$33 \text{ g Pa} * 0,5 \frac{\text{g Ni}}{\text{g Pa}} = 16,5 \text{ g Ni} \quad (4)$$

$$33 \text{ g Pa} * 0,18 \frac{\text{g La}}{\text{g Pa}} = 5,94 \text{ g La} \quad (5)$$

$$33 \text{ g Pa} * 0,062 \frac{\text{g Co}}{\text{g Pa}} = 2,046 \text{ g Co} \quad (6)$$

Para la malla anódica:

$$6 \text{ g M} * 0,92 \frac{\text{g Fe}}{\text{g M}} = 5,52 \text{ g Fe} \quad (7)$$

$$6 \text{ g M} * 0,059 \frac{\text{g Ni}}{\text{g M}} = 0,354 \text{ g Ni} \quad (8)$$

Sumando las ecuaciones (1), (4) y (8) se obtiene el total de Ni presente en 100g de pilas Ni-MH

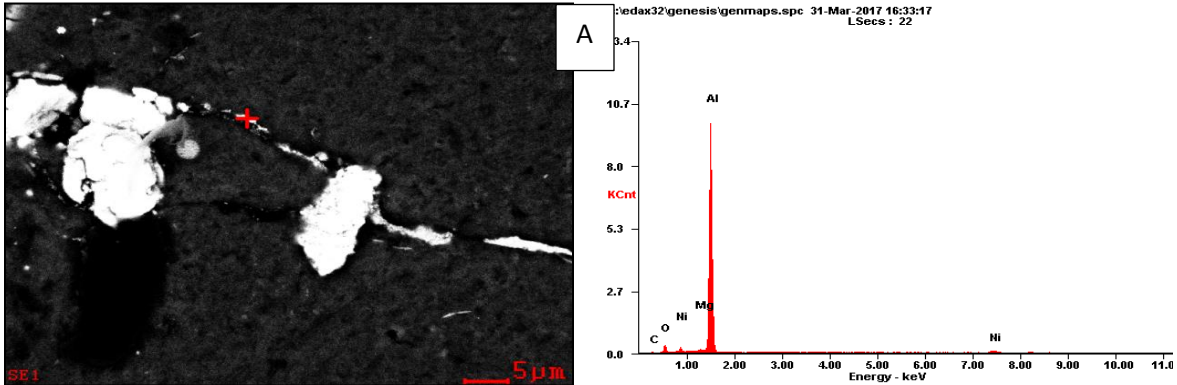
$$20,405 + 16,5 + 0,354 = 37,259 \text{ g Ni} \quad (10)$$

De los 71.5 g de polvos electrónicos que componen 100 g de las pilas Ni-MH, EL 52,11% equivale a 37,259 g de Ni.

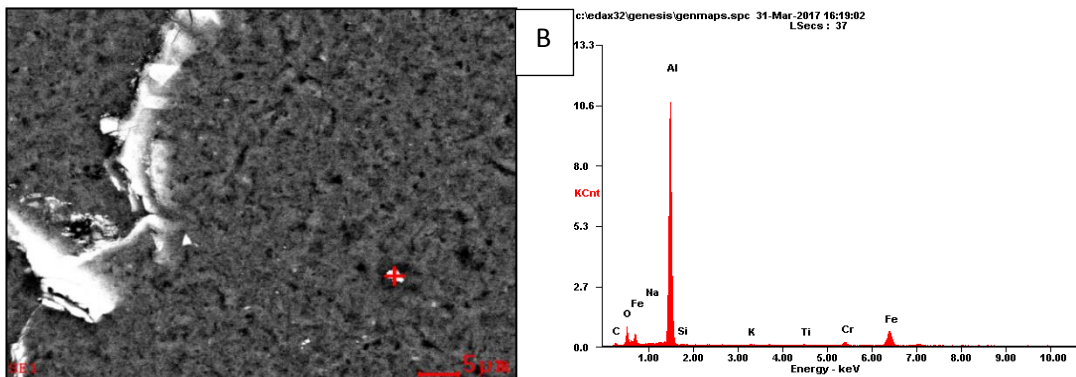
## ANEXO B

Análisis EDS-SEM realizado sobre la muestra Al-5% polvos. A la izquierda, zona de la microestructura en la que se efectúa la medición, a la derecha el espectro de dispersión de energía.

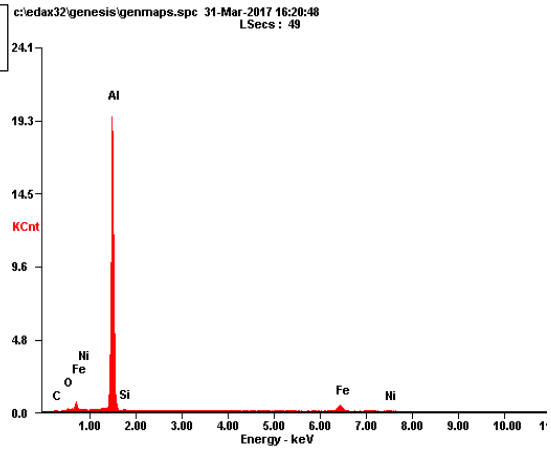
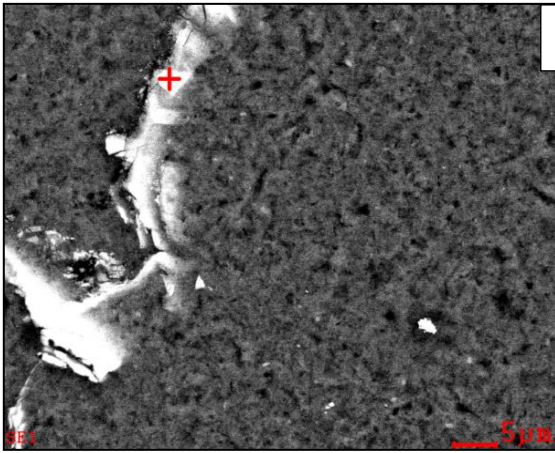
La tabla embebida muestra la cuantificación del espectro. (A)(C)(D) fase interdendrítica (B) y (E) precipitados en la matriz.



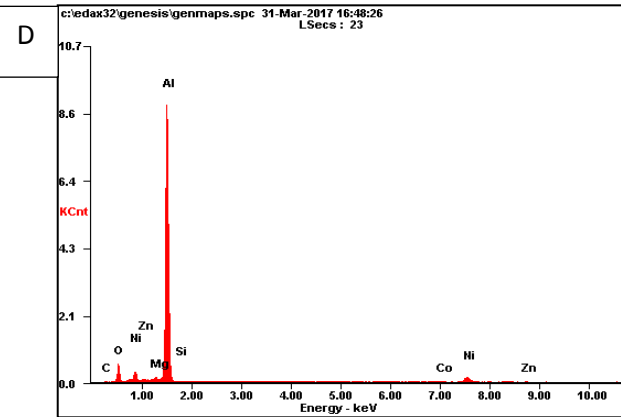
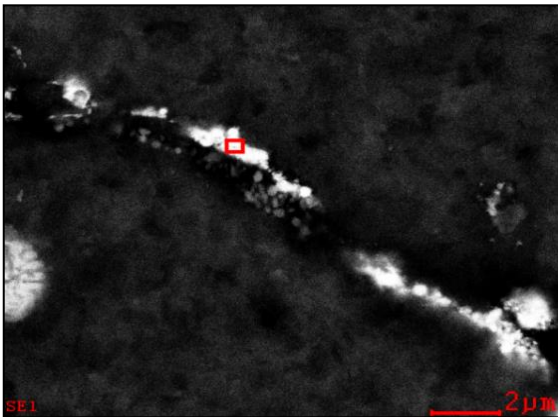
<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	00,95	02,07
<i>OK</i>	07,14	11,70
<i>MgK</i>	01,03	01,11
<i>AlK</i>	84,77	82,39
<i>NiK</i>	06,12	02,74
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF



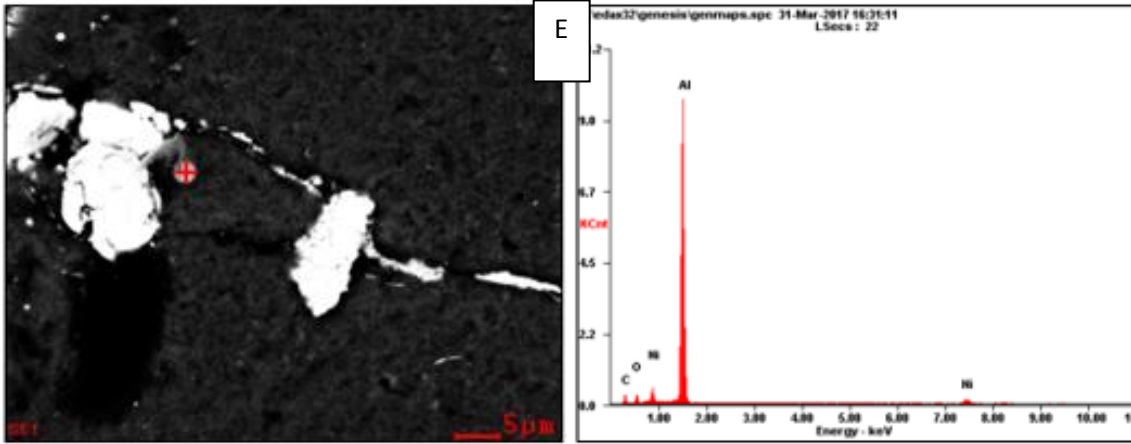
<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	03,43	07,76
<i>OK</i>	09,16	15,54
<i>NaK</i>	00,52	00,62
<i>AlK</i>	64,39	64,76
<i>SiK</i>	00,36	00,34
<i>KK</i>	00,41	00,28
<i>TiK</i>	00,54	00,30
<i>CrK</i>	02,73	01,42
<i>FeK</i>	18,47	08,97
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF



Element	Wt%	At%
CK	01,56	03,61
OK	01,86	03,23
AlK	84,20	86,62
SiK	00,82	00,81
FeK	10,61	05,27
NiK	00,95	00,45
Matrix	Correction	ZAF



Element	Wt%	At%
CK	00,69	01,54
OK	10,04	16,76
<u>MgK</u>	01,05	01,15
AlK	75,40	74,62
SiK	00,29	00,28
<u>CoK</u>	01,07	00,48
NiK	10,66	04,85
<u>ZnK</u>	00,79	00,32
Matrix	Correction	ZAF



<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	16,83	31,49
<i>OK</i>	05,42	07,60
<i>AlK</i>	69,14	57,60
<i>NiK</i>	08,62	03,30
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF