

Termo-cinética de la lixiviación de plomo a partir de baterías recicladas

Thermo-kinetics of lead leaching from recycled batteries

Néstor Ricardo Rojas Reyes*

Luver Echeverry Vargas**

Sebastián Sierra Pérez***

Universidad Nacional de Colombia

* Doctor en Ingeniería, Profesor del Área de Metalurgia Extractiva, Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Minas, Instituto de Minerales CIMEX, Medellín, Colombia. nrojasr@unal.edu.co

** Magíster en Ingeniería, Materiales y Procesos, Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Minas. Instituto de Minerales CIMEX, Medellín, Colombia. ljecheverryv@unal.edu.co

*** Magíster en Ingeniería, Materiales y Procesos, Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Minas. Instituto de Minerales CIMEX, Medellín, Colombia. ssierrap@unal.edu.co

Correspondencia: Néstor Rojas. Carrera 65 N.o 63-20, Bloque 54, Medellín. Tel. (57-4) 4309290.

Origen de subvenciones: Código quipu: 200000014779. Proyecto: "Factibilidad de recuperación de plomo mediante procesos hidrometalúrgicos a partir de baterías recicladas". Convocatoria del Programa Nacional de Proyectos para el Fortalecimiento de la Investigación, la Creación y la Innovación en Posgrados de la Universidad Nacional de Colombia 2013-2015. La empresa Cevaltec S. A. S. también apoyó en la parte de caracterización por SEM.

Resumen

En este trabajo se ha estudiado un método para reciclar el plomo de las baterías de plomo-ácido agotadas usando ácido cítrico y EDTA, lo cual proporcionaría una manera alterna de beneficiar los recursos nacionales colombianos y contribuir a la mitigación del impacto ambiental generado por procesos pirometalúrgicos, los cuales se implementan actualmente en la industria del reciclaje de baterías de plomo ácido. La metodología seguida para alcanzar el objetivo del proyecto fue la siguiente: selección y preparación del material proveniente de las baterías recicladas; caracterización del material a lixiviar; análisis termodinámico de los posibles reactivos o agentes lixiviantes y, por último, una etapa de lixiviación del material proveniente de las baterías de plomo. Los resultados indican que el material sólido de baterías de plomo-ácido está constituido, en su gran mayoría, por PbSO_4 y PbO_2 . Con el análisis de estabilidad termodinámica de los complejos de plomo formados se determina que la base conjugada del ácido cítrico y del ácido etilendiaminotetracético (EDTA) forman complejos de plomo estables en la región de estabilidad del agua. En las pruebas de lixiviación se lograron extracciones de plomo del 77 % con el ion citrato, y del 99 % con el ion de EDTA.

Palabras clave: Baterías de plomo, reciclado de baterías, termodinámica del plomo.

Abstract

An approach to recycle lead from spent lead-acid batteries by using citric acid and EDTA has been studied in this paper. This novel method would provide an alternative way to treat the Colombian national resources and contribute to the mitigation of the environmental impact generated by Pyrometallurgical processes currently implemented in the lead acid battery recycling industry. The methodology followed to achieve the project objective was the following: selection and preparation of the material coming from recycled batteries; characterization of the material to be leached; Thermodynamic analysis of the possible reagents or leaching agents and finally a stage of leaching of the material from the lead batteries. The results indicate that the solid material of batteries of lead-acid, is constituted in its great majority by PbSO_4 and PbO_2 . With the thermodynamic stability analysis of the formed lead complexes it is determined that the conjugate base of the citric and ethylenediaminetetraacetic acids (EDTA) form stable lead complexes in the water stability region. In the leaching tests, lead extractions of 77 % were achieved with the citrate ion and 99% with the EDTA ion.

Key words: Battery recycling, lead batteries, lead thermodynamics.

Fecha de recepción: 11 de mayo de 2017
Fecha de aceptación: 10 de septiembre de 2017

I. INTRODUCCIÓN

Todo proceso de reciclaje debe cumplir los criterios de ser ambientalmente benéfico y económicamente viable. Esta evaluación debe basarse en el buen conocimiento técnico de los procesos implicados en el procesamiento del material en cuestión [1], [2]. En la actualidad, las baterías de plomo-ácido son recicladas en más del 90 % por medios pirometalúrgicos, en los que se recupera generalmente el ácido, el polipropileno de la carcasa y el plomo, y con la misma tecnología el proceso continúa para la recuperación de otros metales tales como zinc, níquel y cadmio [3]. Esta metodología de reciclaje tiene el inconveniente de promover emisiones de dióxido de azufre al descomponer el sulfato de plomo a temperaturas elevadas, además de las emisiones de partículas muy finas de plomo que contribuyen a la contaminación del medio ambiente [4], [5]. El plomo en sus diversas formas se considera un residuo peligroso, debido a los efectos nocivos que tiene sobre los organismos vivos y, en especial, sobre la salud humana [6], [7]. Existen procesos conocidos a nivel mundial para el reciclaje de baterías, algunas veces diseñados para una clase especial de baterías. Sin embargo, de igual forma las baterías se pueden reciclar junto con otros tipos de materiales. Algunos de estos procesos son los siguientes: Sumitomo (japonés); Recytec (suizo); Atech; y Snam-Savam (franceses); Sab Nife (suizo); Inmetco (norteamericano); Waelz, TNO; y Accurec (alemanes), entre otros [4]. El reciclaje de baterías de plomo no es ajeno a Colombia, incluso esta actividad está contemplada por la ley. En la Resolución 0372 de 2009 del Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial de la República de Colombia se establecen los elementos que deben contener los planes de gestión de devolución de productos posconsumo de baterías usadas de plomo-ácido [8].

Una batería es un dispositivo electroquímico que posee la habilidad de convertir energía química a energía eléctrica. Una batería básica consiste en un ánodo, un cátodo, un electrolito, unos separadores y una carcasa. Las diferentes baterías se clasifican por los materiales utilizados como electrodos y electrolitos. Los componentes potencialmente peligrosos de las baterías incluyen mercurio, plomo, cobre, zinc, cadmio, manganeso, níquel y litio [9]. Las baterías de plomo-ácido están compuestas de una aleación de plomo y un material base de óxido de plomo (PbO_2). Durante el lento proceso de descarga de las baterías se forma sulfato de plomo ($PbSO_4$), de manera que

termina así la vida útil de las baterías. El electrolito generalmente usado es una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) [10].

Si se tienen en cuenta las propiedades tóxicas del plomo, es muy importante considerar otras formas de reciclaje para la recuperación de materiales de desecho que contienen plomo, como, por ejemplo, los procesos hidrometalúrgicos, los cuales tiene ventajas ya conocidas, tales como: costo de capital menor en comparación con un proceso pirometalúrgico; mayor flexibilidad para el tratamiento de variedad de metales o incluso residuos de procesos; la mano de obra en un proceso hidrometalúrgico es la mitad con relación a un proceso pirometalúrgico; los métodos hidrometalúrgicos pueden separar metales con propiedades similares, además de trabajar – en su mayoría – a temperatura ambiente y, por ende, no son fuentes de emisiones de SO_2 ; las plantas hidrometalúrgicas trabajan con soluciones y pulpas que pueden transportarse por cañerías cerradas, lo cual muchas veces es conveniente y económico; entre otras ventajas [11].

La literatura técnica presenta diferentes agentes lixiviantes ácidos para atacar el plomo de las baterías de plomo-ácido. Baba *et al.* [12] determinaron que la velocidad de lixiviación aumenta con la concentración de ácido clorhídrico, la temperatura y la velocidad de agitación, y decrece con la razón sólido-líquido y el tamaño de partícula. Smaniotto *et al.* [6], al trabajar con ácido cítrico, citrato de sodio y mezclas de estos, determinaron que, si bien estos reactivos son llamativos por sus pocos impactos medioambientales, son restrictivos cuando se utilizan como agentes lixiviantes. Otros reactivos utilizados son mezcla de citrato de sodio y ácido acético, agentes interesantes debido a su poca polución ambiental y bajos costos [13].

El reactivo ácido etilendiaminotetracético (EDTA) se ha utilizado de forma eficiente en procesos de lixiviación (o biolixiviación) a fin de disolver metales, como, por ejemplo, plomo [14]-[16], plomo y zinc [17], plomo y cadmio [18], y plomo y cromo [19], pues causa menos daños medioambientales cuando llega a las aguas subterráneas. El plomo se puede disolver a partir de fases oxidadas en soluciones acuosas de ácidos carboxílicos (-COOH) [20]; otros ácidos carboxílicos utilizados son el ácido fórmico, ácido acético, ácido butírico, ácido benzoico, ácido cítrico, ácido etilendiaminotetracético (EDTA), entre otros. Una representación de la estructura de estos ácidos se muestra en la Fig. 1.

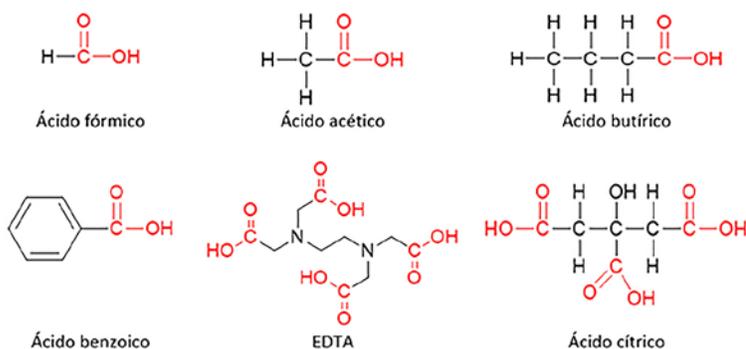


Figura 1. Estructuras de algunos ácidos carboxílicos comunes, obtenidas del software Medusa

A diferencia de los ácidos inorgánicos comunes tales como el ácido clorhídrico (HCl), el nítrico (HNO_3) y el sulfúrico (H_2SO_4), los ácidos carboxílicos, por lo general, son ácidos débiles, y se ionizan en forma limitada en el agua, lo cual tiene alguna ventaja medioambiental. En el equilibrio, las diluciones acuosas de los ácidos débiles contienen una mezcla de moléculas del ácido sin reaccionar, iones H^+ y su base conjugada [21]. Un pretratamiento con peróxido de hidrógeno e hidracina se puede llevar a cabo antes del proceso de lixiviación de plomo, con el fin de liberar los iones de plomo (Pb^{2+}), lo cual se realiza para facilitar el proceso de complejación del plomo con citrato trisódico y con ácido etilendiaminotetraacetato (EDTA) [20], [21].

Dado que el objeto del proyecto es disolver el plomo presente en las fases oxidadas de los residuos de baterías de plomo-ácido, se debe buscar una sal que aporte la base conjugada fuerte (disociación completa) del ácido carboxílico, por ejemplo, y que dicho agente lixivante además de tener un bajo costo, también sea medioambientalmente amigable.

II. METODOLOGÍA

A. Preparación de la muestra

El material escogido para analizar fueron las baterías de plomo-ácido gastadas que utilizan los automóviles. El proceso de preparación de la muestra comienza con la eliminación del ácido sulfúrico contenido en las baterías (que se puede recuperar fácilmente) y, posteriormente, la extracción de las celdas compuestas por plomo y óxido de plomo. El paso siguiente es la

preparación mecánica del material (disminución de tamaño), la separación y la clasificación del material que se va a lixiviar.

B. Caracterización del material de trabajo

Con el objetivo de determinar las fases mayoritarias presentes en el residuo, el material clasificado se caracterizó mediante difracción de rayos X (DRX) en un equipo de referencia PANalytical xPert PRO MPD, en un intervalo 2θ entre 4° y 70° , con un paso de $0,02^\circ$ y un tiempo de acumulación de 56 segundos; se usó un ánodo de cobre con $K\alpha = 1,5406 \text{ \AA}$. También se utilizó microscopia electrónica de barrido (MEB) para establecer las características microestructurales de las partículas de la muestra, y además un análisis puntual por espectrometría de dispersión de energía de rayos X, EDS, los cuales fueron hechos en un equipo de referencia Phenom Pro X.

C. Análisis de estabilidad termodinámica

Para este análisis se crearon diagramas de estabilidad termodinámica (de Pourbaix) con el software Medusa. Esto se realiza con el fin de tener una mejor comprensión de la naturaleza de los complejos de plomo formados y, particularmente, de las zonas de solubilidad en presencia de sulfato, plomo y diversos ácidos carboxílicos (ácido fórmico, ácido acético, ácido oxálico, ácido cítrico y ácido etilendiaminotetracético).

D. Proceso de lixiviación

A partir de los diagramas de Pourbaix se obtuvieron las condiciones de lixiviación teórica para los agentes lixiviantes analizados. Estas condiciones de lixiviación determinan el rango de pH de trabajo dentro de la región de estabilidad del agua, la temperatura de trabajo, el porcentaje de sólidos de la pulpa y la concentración del reactivo de lixiviación a utilizar. Antes del proceso de lixiviación se realizó un pretratamiento que consistió en la adición de 10 ml de peróxido de hidrogeno (al 50 %), y cuatro gotas de hidracina (pura) para liberar el ion plomo (Pb^{2+}). Se debe tener presente que este proceso es para un material que contenga en su gran mayoría sulfato de plomo y dióxido de plomo (48 % PbSO_4 y 46 % PbO_2). Las pruebas de lixiviación con citrato se llevaron a cabo en un Erlenmeyer con agitación

magnética, a temperatura de 25 °C, con una pulpa al 10 % de sólidos, una concentración de agente lixivante a 1M, y el pH se modificó con ácido clorhídrico hasta un pH de 7. Las condiciones de lixiviación con EDTA fueron iguales a las anteriores, excepto por el pH — el cual fue de 12 —, resultado de la agregación del reactivo lixivante. El análisis cinético se realizó con base en el porcentaje de plomo lixiviado a 15, 30, 60, 120, 180 y 240 minutos. Los licores obtenidos en los procesos de lixiviación se analizaron en un espectrofotómetro de absorción atómica de referencia Thermo Scientific iCE 3000.

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A. Preparación de la muestra

El proceso comienza con la abertura y extracción de la pasta de las baterías y la disposición del ácido sulfúrico (H_2SO_4), el cual fue neutralizado con carbonato de sodio (Na_2CO_3). La pasta de la batería se lavó y secó a temperatura ambiente y se aseguró una humedad del 10 % máximo. El residuo fue tratado mecánicamente a través de un pulverizador y luego clasificado hasta obtener un tamaño de partícula pasante malla Tyler N°200 ($< 75 \mu m$).

B. Caracterización del material de trabajo

El análisis por DRX arrojó las fases predominantes que existen en el residuo en estudio, como se muestra en el difractograma de la Fig. 2. En esta se observa que las dos fases mayoritarias son el sulfato de plomo ($PbSO_4$) con una concentración aproximada del 48 %; y el dióxido de plomo (PbO_2) con una concentración aproximada del 46 %. El plomo metálico (Pb) se encuentra en una concentración del 5,1 % y el óxido de plomo (PbO) está presente con una concentración aproximada del 1 %. La cuantificación se realizó utilizando el software de análisis High Score Plus.

El análisis por microscopía electrónica de barrido (MEB) del residuo en estudio evidencia que el tamaño de las partículas es inferior a 100 μm , y se encontraron inclusive partículas inferiores a 4 μm , como se puede observar en la Fig. 3. El material de estudio también presenta una distribución de tamaños sin presencia de partículas angulosas o planas, tal vez debido a la poca dureza que caracteriza a los materiales que contienen plomo.

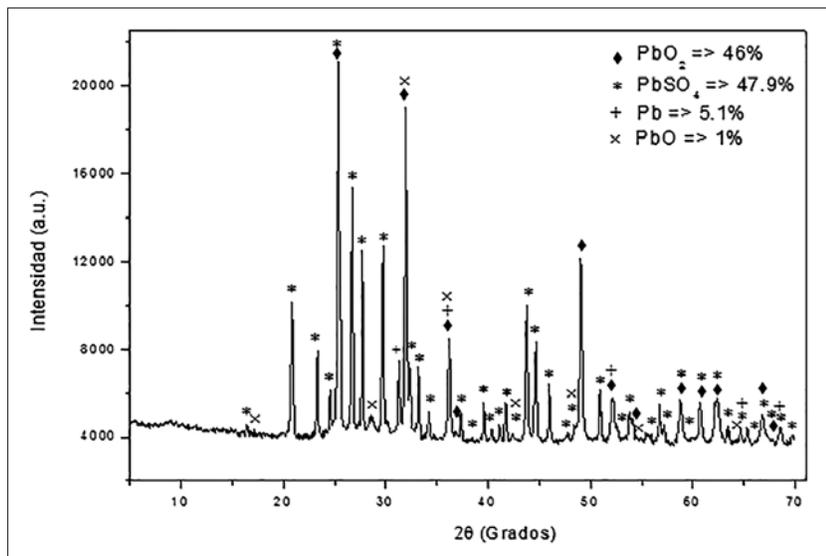


Figura 2. Difractograma del residuo proveniente de las baterías

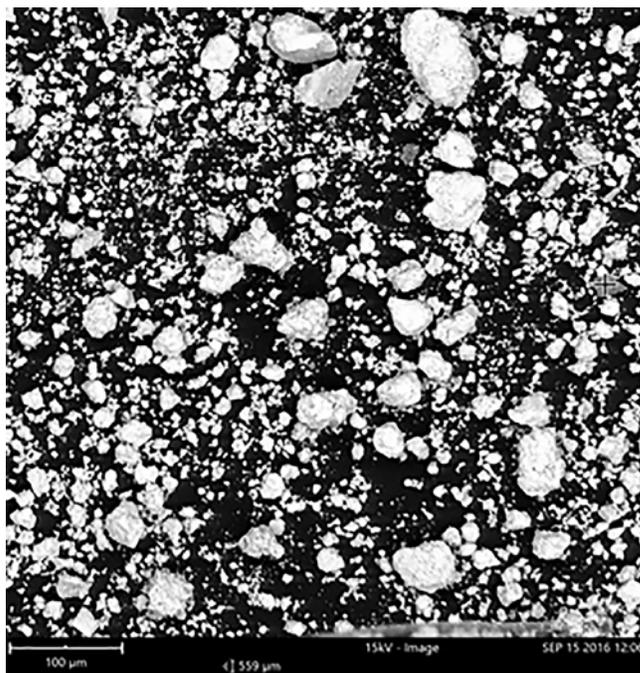


Figura 3. Micrografía del residuo de estudio

Los análisis por EDS demuestran que el residuo en estudio contiene partículas de óxidos de plomo (ver Fig. 4 y Tabla 1). Además del óxido de plomo, debe existir presencia de azufre debido al sulfato de plomo (ver Fig. 5 y Tabla 2); la presencia de carbono se debe a la cinta de carbono en la que se monta la muestra.

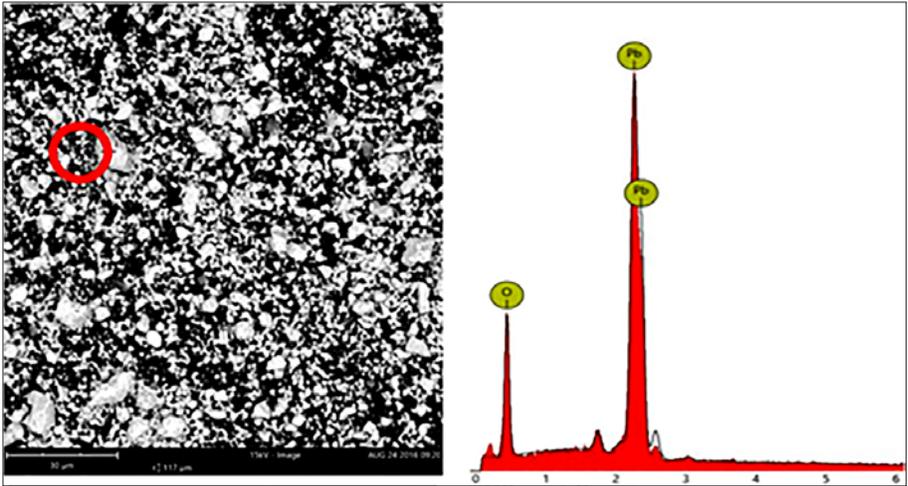


Figura 4. Micrografía por MEB del residuo en estudio zona 1

Tabla 1. Análisis por EDS de la Fig. 4

Element	Atomic	Weight	Oxide	Stoich.
Symbol	Conc.	Conc.	Symbol	Conc.
Pb	35,85	87,86	Pb	100,00
O	64,15	12,14		

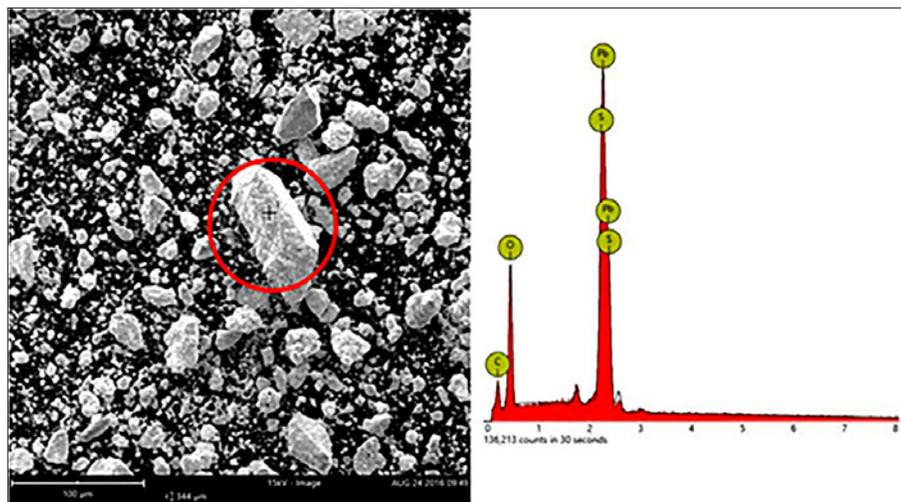


Figura 5. Micrografía por MEB para el residuo en estudio zona 2

Tabla 2. Análisis por EDS de la Fig. 5

Element	Atomic	Weight	Oxide	Stoich.
Symbol	Conc.	Conc.	Symbol	Conc.
Pb	22,20	40,41	Pb	46,38
O	52,14	14,22		
C	19,47	3,99	C	40,68
S	6,19	3,38	S	12,93

C. Análisis de estabilidad termodinámica

Con la información suministrada por la difracción de rayos X y la cuantificación de especies presentes en la muestra es posible realizar el balance másico de plomo y el ion sulfato (las especies de interés en la reacción de complejación). Se debe tener en cuenta la presencia de los dos iones escogidos para la lixiviación: el ion citrato ($H_5C_6O^{3-}_7$) que es la base conjugada del ácido cítrico (véase la Fig. 6a); y el ion etilendiaminotetraacetato ($H_{12}C_{10}N_2O^{4-}_8$), que corresponde a la base conjugada del ácido etilendiaminotetracético (EDTA) (véase la Fig. 6b). El análisis termodinámico supone un residuo en el que el plomo está presente en un 78,6 %, y el ion sulfato en un 15,7 %; además, se tiene en cuenta una pulpa al 10 % de sólidos. El análisis se realiza

considerando una concentración de plomo del 0,08 M, del ion sulfato del 0,03 M, y la concentración para las diversas bases conjugadas de los ácidos carboxílicos de 1M.

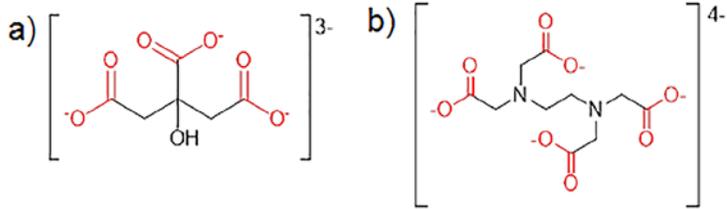


Figura 6. a) Base conjugada del ácido cítrico; b) Base conjugada del EDTA; obtenidas del software Medusa

En el análisis termodinámico se utilizaron los iones: formiato, acetato, oxalato, citrato y EDTA. Los diagramas de estabilidad termodinámica mostraron que solo con las bases conjugadas del ácido cítrico y el ácido etilendiaminotetracético (EDTA) se forman complejos de plomo estables (véanse la Fig. 7 y la Fig. 9), por lo tanto, esta es la razón de las pruebas de lixiviación con sal de citrato trisódico y sal tetrasódica de EDTA.

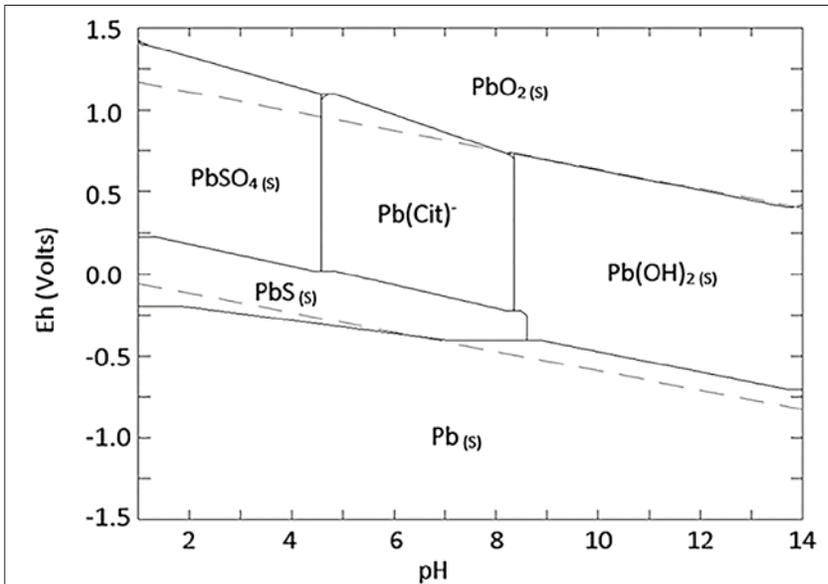


Figura 7. Diagrama de Pourbaix del sistema Pb^{2+} - $H_5C_6O_3^-$ - SO_4^{2-} - H_2O a 25 °C

En la Fig. 7 se muestra el diagrama de Pourbaix para el sistema plomo-citrato-sulfato-agua. El área de solubilidad del plomo se encuentra en una región de pH entre 4,5 y 8,5, dentro la zona de estabilidad del agua, lo que indica los parámetros de solubilidad del plomo que estarían presentes en la muestra de trabajo. Se puede observar además que a pH menores a 4,5 no es posible lixiviar el plomo, pues este precipitaría como sulfato de plomo, o incluso, como sulfuro de plomo, también insoluble a pH ácidos. A pH alcalino mayor a 8,5 tampoco es posible disolver el plomo, pues este ahora precipitaría como hidróxido de plomo impidiendo su lixiviación.

En la Fig. 8 se representa y plantea una posible vía de reacción para la formación del complejo plomo-citrato ($\text{Pb}(\text{Cit})^-$), en la que los dos iones carboxilo de la molécula del ion citrato ligan al ion Pb^{2+} para formar el complejo $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Pb}^-$ "Pb(Cit)⁻".

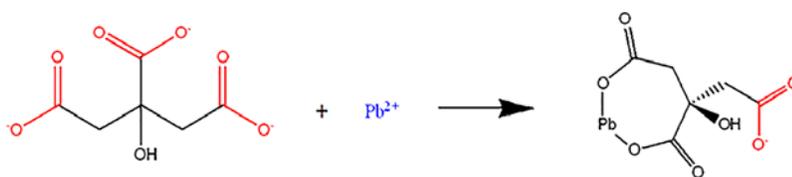


Figura 8. Esquema de formación del complejo $\text{Pb}(\text{Cit})^-$

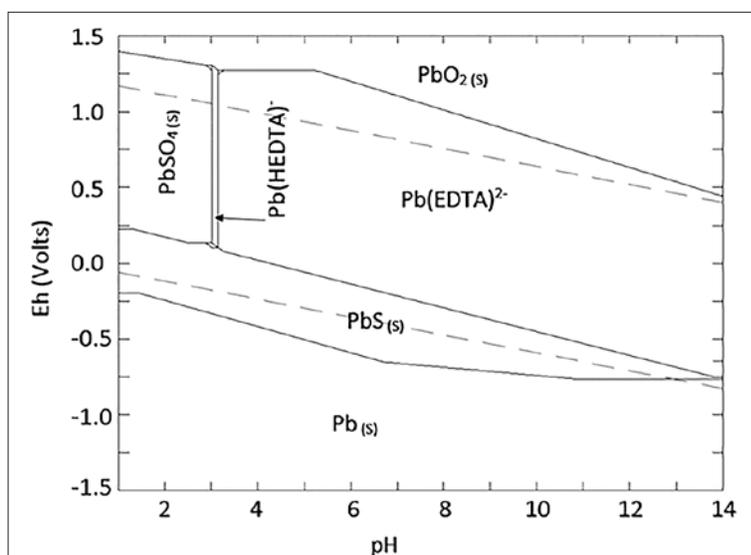


Figura 9. Diagrama de Pourbaix del sistema $\text{Pb}^{2+} - \text{H}_{12}\text{C}_{10}\text{N}_2\text{O}_4^{-8} - \text{SO}_4^{-2} - \text{H}_2\text{O}$ a 25 °C

En la Fig. 9 se presenta el diagrama de Pourbaix para el sistema plomo-EDTA-sulfato- agua, en el que se observa que el área de solubilidad del plomo es mayor en comparación con el citrato, pues a partir de un pH de 3 hasta 14 se observa el ion $\text{Pb}(\text{EDTA})^{2-}$ en condiciones estables. Se observa además que si el pH disminuye a un valor menor a 3, el plomo precipitaría como sulfato de plomo y se detiene el proceso de disolución.

En la Fig. 10 se plantea la posible vía de reacción para la formación del complejo $\text{Pb}(\text{EDTA})^{2-}$, en la que dos iones carboxilo de la molécula del ion etilendiaminotetraacetato ligan al ion de plomo para formar el complejo $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_8\text{O}_8\text{Pb}^{2-}$ -“ $\text{Pb}(\text{EDTA})^{2-}$ ”.

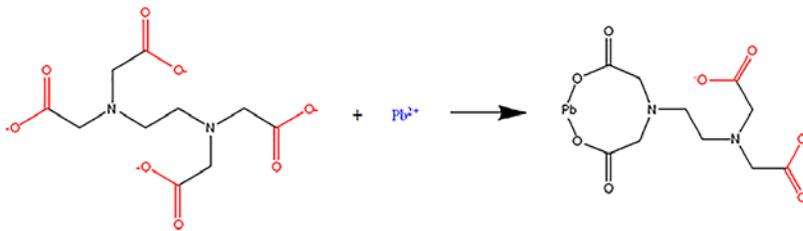


Figura 10. Esquema de formación del complejo $\text{Pb}(\text{EDTA})^{2-}$

D. Proceso de lixiviación

Además de la visión técnica y medioambiental del presente trabajo de investigación, otro elemento a tener en cuenta en este proyecto es la visión industrial. Por este motivo, la pureza química de los reactivos utilizados en el proceso de lixiviación es grado técnico, con costos de USD 1,7 500 gramos de ácido cítrico, y USD 2 500 gramos de EDTA (valores a febrero del 2017). Se debe tener presente que este proceso es para un material que contenga en su gran mayoría sulfato de plomo y dióxido de plomo (48 % PbSO_4 y 46 % PbO_2).

Lixiviación con citrato trisódico

La Fig. 11 muestra la cinética del proceso de lixiviación de plomo con el ion citrato, en la que se logra la máxima extracción del metal aproximadamente a los 60 minutos, con un promedio del 76,8 %. Luego de este tiempo la

extracción de plomo permanece constante hasta los 120 minutos, y a partir de este punto la extracción decae en el tiempo; esto puede ser a causa de la posible desestabilización del ion plomo-citrato y la aparición de la reacción inversa, pues como se observa en el análisis termodinámico este complejo tiene un área de estabilidad limitada.

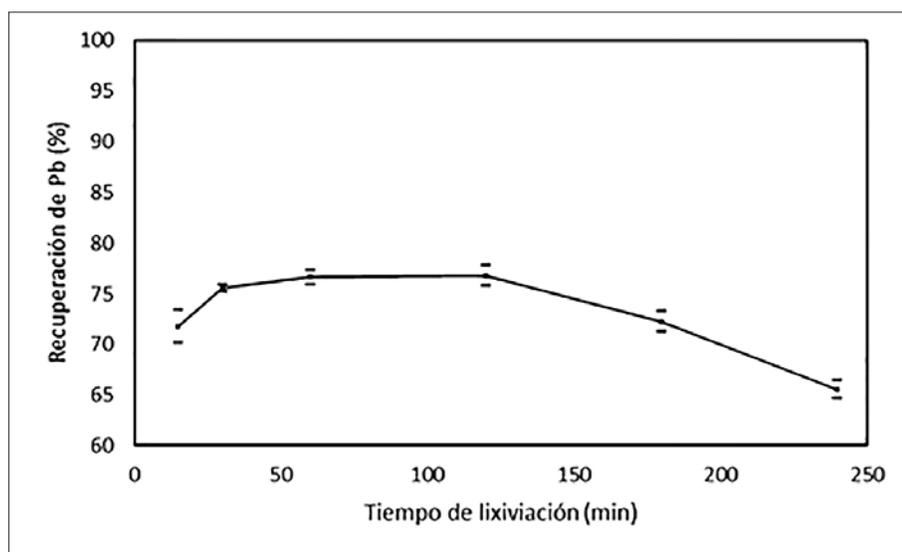


Figura 11. Cinética de lixiviación de plomo con citrato

Lixiviación con ácido etilendiaminotetraacetato (EDTA)

La Fig. 12 muestra la cinética del proceso de lixiviación de plomo con el EDTA, al lograr una extracción promedio de plomo del 99 % en tan solo un tiempo de lixiviación de 30 minutos. Posteriormente, la extracción de plomo decae, lo que también se puede explicar de nuevo por una desestabilización del complejo de plomo o por el principio de Le Chatelier. Por este motivo, se puede diseñar un proceso que incluya extracción del licor a un tiempo de 30 minutos y suministro de nuevos reactivos, a fin de que la cinética de reacción siempre tenga una pendiente positiva y se logre un proceso continuo.

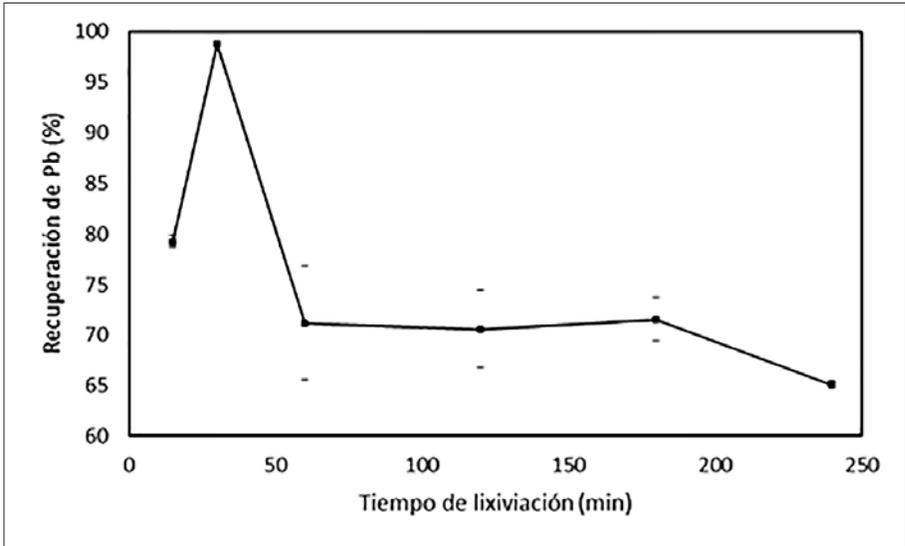


Figura 12. Cinética de lixiviación de plomo con edta

IV. CONCLUSIONES

En el desarrollo del presente proyecto de investigación se logró establecer que la composición química del material sólido de baterías de plomo-ácido es aproximadamente 48 % PbSO_4 , 46 % PbO_2 , 5 % Pb y 1 % PbO . Las condiciones de lixiviación y tipos de agente lixivante se obtuvieron a partir de los diagramas de Pourbaix. Se lograron extracciones del 77 % de plomo utilizando el ion citrato con una concentración de 1M, a temperatura ambiente, pH de 7, al 10 % de sólidos y en un tiempo de 60 min; y extracciones del 99 % para el ion etilendiaminotetraacetato con una concentración de 1M, a temperatura ambiente, pH de 12, al 10 % de sólidos y en un tiempo de 30 min. A partir de las pruebas de laboratorio se demuestra que es técnicamente posible un proceso hidrometalúrgico para el reciclaje de plomo proveniente de baterías de plomo-ácido agotadas, pues con este proceso no existen emisiones de dióxido de azufre al descomponer el sulfato de plomo a temperaturas elevadas, ni tampoco emisiones de partículas muy finas de plomo al medio ambiente.

REFERENCIAS

- [1] W. Zhang, *et al.*, "A critical review on secondary lead recycling technology and its prospect", *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 61, pp. 108-122, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2016.03.046>
- [2] L. Zhnag, Z. Xu, "A review of current progress of recycling technologies for metals from waste electrical and electronic equipment", *Journal of Cleaner Production*, vol. 127, pp. 19-36, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.04.004>
- [3] D. C. R. Espinosa, A. M. Bernardes, J. A. S. Tenório, "An overview on the current processes for the recycling of bateries", *Journal of Power Sources*, vol. 135, pp. 311-319, 2004. doi:10.1016/j.jpowsour.2003.12.026
- [4] M. S. Sonmez, R. V. Kumar, "Leaching of waste battery paste components. Part 1: Lead citrate synthesis from pbo and pbo₂", *Hydrometallurgy*, vol. 95, pp. 53-60, 2009. doi: 10.1016/j.hydromet.2008.04.012
- [5] M. S. Sonmez, R. V. Kumar, "Leaching of waste battery paste components. Part 2: Leaching and desulphurisation of pbs₂ by citric acid and sodium citrate solution", *Hydrometallurgy*, vol. 95, pp. 82-86, 2009. doi: 10.1016/j.hydromet.2008.04.019
- [6] A. Smaniotto, *et al.*, "Qualitative lead extraction from recycled lead-acid batteries slag", *Journal of Hazardous Materials*, vol. 172, pp. 1677-1680, 2009. doi: 10.1016/j.jhazmat.2009.07.026
- [7] A. R. Alonso, M., Iztapalapa, S. P. Xalcaltzinco, Lead Recovery from Waste Materials. [En línea], 2011, Disponible en <http://www.izt.uam.mx/cime21/extensos/Extenso H-28.pdf>
- [8] Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial, Resolución Número 0372 del 26 de Febrero de 2009. [En línea], Disponible en: http://www.minambiente.gov.co/images/BosquesBiodiversidadyServiciosEcosistemicos/pdf/Normativa/Resoluciones/res_0372_260209.pdf.
- [9] A. Pascale, *et al.*, "E-waste informal recycling: an emerging source of lead exposure in South America", *Annals of Global Health*, vol. 82, n.º 1, pp. 197-201, enero-febrero 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.aogh.2016.01.016>
- [10] Z. Sun, *et al.*, "Spent lead-acid battery recycling in China-A review and sustainable analyses on mass flow of lead", *Waste Management*, vol. 64, pp. 190-201, 2017. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2017.03.007>
- [11] F. Habashi, Textbook of hydrometallurgy. 2ª ed. Quebec: Metallurgie Extractive, 2007. doi: 10.1016/S0892-6875(00)00127-8
- [12] Baba, A., Adekola, F., Ewuloye, G. "Leaching of lead from spent motorcycle

- battery in hydrochloric acid. Part I: dissolution kinetics". *Acta Metallurgica Slovaca*, vol. 16, n.º 3, pp. 194-204, 2010. doi: 10.12776/ams.v19i1.88
- [13] X. Zhu, *et al.*, "Leaching of spent lead acid battery paste components by sodium citrate and acetic acid", *Journal of Hazardous Materials*, vol. 250-251, pp. 387-396, 2013. doi: 10.1016/j.jhazmat.2013.02.018
- [14] S. Wai, Z. Vargas Galarza, R. Félix Navarro, "Optimizing the conditions for leaching lead from solid waste produced by pyrometallurgical process of recycling automobile used batteries", *J. Mex. Chem. Soc.*, vol. 50, n.º 2, pp. 64-70, 2006. doi: <http://www.scielo.org.mx/pdf/jmcs/v50n2/v50n2a3.pdf>
- [15] D. Lestan, N. Finžgar, "Leaching of Pb Contaminated Soil using Ozone/UV Treatment of EDTA Extractants", *Separation Science and Thechnology*, vol. 42, pp. 1575-1584, 2007. doi: 10.1080/01496390701290367
- [16] M. Bassetto, C. Aparecida, A. Reneé, "EDTA assisted phytoremediation of a Pb contaminated soil: metal leaching and uptake by jack beans", *Sci. agric. (Piracicaba, Braz.)*, vol. 66, n.º 4, pp. 506-514, julio-agosto 2009. doi: 10.1590/S0103-90162009000400012
- [17] N. Finžgar, D. Leštan, "Multi-step leaching of Pb and Zn contaminated soils with EDTA", *Chemosphere*, vol. 66, pp. 824-832, 2007. doi: 10.1016/j.chemosphere.2006.06.029
- [18] J. Qiao, H. Sun, X. Luo, W. Zhang, S. Mathews, X. Yin, "EDTA-assisted leaching of Pb and Cd from contaminated soil", *Chemosphere*, vol. 167, pp. 422-428, 2017. doi: 10.1016/j.chemosphere.2016.10.034
- [19] M. Ebrahimi, "Effect of EDTA treatment method on leaching of Pb and Cr by *Phragmites australis* (Cav.) Trin. Ex Steudel (common reed)", *Casian Journal of Environmental Sciences*, vol. 13, n.º 2, pp. 153-166, 2015. doi: http://cjes.guilan.ac.ir/article_1304_0.html
- [20] R. Zárate Gutiérrez, G. T. Lapidus, "Anglesite (PbSO₄) leaching in citrate solutions", *Hydrometallurgy*, vol. 144-145, pp. 124-128, 2014. doi: 10.1016/j.hydromet.2014.02.003
- [21] J. Qiao, H. Sun, X. Luo, X. Zhang, S. Mathews, X. Yin, "EDTA-assisted leaching of Pb and Cd from contaminated soil", *Chemosphere*, vol. 167, pp. 422-428, 2017. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.10.034>