



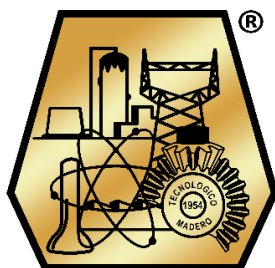
Educación

Secretaría de Educación Pública



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE CIUDAD MADERO
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA



"POR MI PATRIA Y POR MI BIEN"

TESIS

DISEÑO DE UN CORPUS DE DATOS DE AGUAS RESIDUALES DEL
PROCESO DE EXTRACCIÓN HIDROMETALÚRGICA DE LITIO EN
BATERÍAS PARA SU USO EN ALGORITMOS DE PREDICCIÓN

Que para obtener el Grado de

Maestra en Ciencias de la Ingeniería

Presenta

Ing. Daniela Del Ángel Pérez

G16070995

No. CVU 1277294

Directora de Tesis

Dra. María Lucila Morales Rodríguez

No. CVU 211781

Co-director de Tesis

Dr. Ulises Páramo García

Cd. Madero, Tamaulipas

Septiembre 2025



Educación
Secretaría de Educación Pública



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO



Instituto Tecnológico de Ciudad Madero
Subdirección Académica
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Ciudad Madero, Tamaulipas, **01/Septiembre/2025**

Oficio No. U11.062/2025

ASUNTO: Autorización de Impresión

C. DANIELA DEL ÁNGEL PÉREZ
No. DE CONTROL G16070995
P R E S E N T E

Me es grato comunicarle que después de la revisión realizada por el Jurado designado para su Examen de Grado de la Maestría en Ciencias de la Ingeniería, el cual está integrado por los siguientes catedráticos:

PRESIDENTE :	DRA. MARÍA LUCILA MORALES RODRÍGUEZ
SECRETARIO:	DR. ULISES PÁRAMO GARCÍA
VOCAL :	DR. NELSON RANGEL VALDEZ
SUPLENTE:	DR. JUAN JAVIER GONZÁLEZ BARBOSA

Se acordó autorizar la impresión de su tesis titulada:

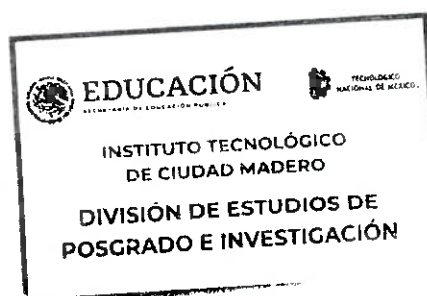
"Diseño de un corpus de datos de aguas residuales del proceso de extracción hidrometalúrgica de litio en baterías para su uso en algoritmos de predicción"

Es muy satisfactorio para esta División compartir con Usted el logro de esta meta. Espero que continúe con éxito su desarrollo profesional y dedique su experiencia e inteligencia en beneficio de México.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica®
"Por Mi Patria y Por Mi Bien" ®


RAFAEL CASTILLO GUTIÉRREZ
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



ccp. Archivo
RCG/NRV/jar



2025
Año de
La Mujer
Indígena

Av. 1° de Mayo y Sor Juana I. de la Cruz S/N Col. Los Mangos
C.P. 89440 Cd. Madero, Tam. Tel. (833) 3574820 ext. 3110
e-mail: depi_cdmadero@tecnm.mx www.tecnm.mx
www.cdmadero.tecnm.mx



Agradecimientos

En agradecimiento a la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (SECIHTI) por el programa de becas al que fui beneficiaria durante el posgrado.

Al Tecnológico Nacional de México (TecNM) - Instituto Tecnológico de Ciudad Madero (ITCM) por el apoyo otorgado en la realización de mis estudios de posgrado en Maestría en Ciencias de la Ingeniería.

A mis directores de tesis, Dra. María Lucila Morales Rodríguez y Dr. Ulises Páramo García, por su compromiso, apoyo, tiempo y orientación para el desarrollo de este proyecto.

A Dios, a mis padres, a mi hermana y amigos, quienes son las personas que más amo, por siempre estar presentes y brindarme incondicionalmente su apoyo, amor y la fortaleza mental necesarios para enfrentar esta gran etapa en mi vida. Y también en agradecimiento a mí, por no rendirme en lograr mis metas.

DECLARACIONES DE ORIGINALIDAD, PROPIEDAD INTELECTUAL, CESION DE DERECHOS Y/O CONFIDENCIALIDAD

Yo, Daniela Del Ángel Pérez, en mi calidad de autor, declaro que este trabajo de tesis titulado "Diseño de un corpus de datos de aguas residuales del proceso de extracción hidrometalúrgica de litio en baterías para su uso en algoritmos de predicción" es original, producto de mi investigación personal, y que no infringe derechos de propiedad intelectual, derechos de autor, patentes o cualquier otro derecho de terceros.

Reconozco que todas las citas textuales, ideas y referencias tomadas de otras obras han sido debidamente atribuidas a sus autores originales, conforme a las normas académicas y legales aplicables. En caso de cualquier reclamo por violación a derechos de terceros, asumo plena responsabilidad, exonerando de toda culpa a mi directora de tesis, al Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Ciudad Madero, y a sus autoridades.

Este documento no contiene material plagiado ni datos falsificados, y todas las fuentes consultadas están correctamente referenciadas.

Ciudad Madero, Tamaulipas, septiembre 2025

Diseño de un corpus de datos de aguas residuales del proceso de extracción hidrometalúrgica de litio en baterías para su uso en algoritmos de predicción

Ing. Daniela Del Ángel Pérez

Resumen

El uso exponencial del Litio en la industria global ha llevado al aumento de los impactos ambientales, ecológicos y de salud que su extracción ocasiona. Debido a esto, la preocupación por recuperar este valioso material ha tomado relevancia en los últimos años, dando paso al estudio de los métodos de reciclaje de litio en baterías de desecho.

Es aquí donde la hidrometalurgia aparece como una alternativa de recuperación, siendo uno de los métodos menos costos para llevar a cabo la tarea de recuperación. Sin embargo, el reciclaje de Litio por hidrometalurgia nos lleva a otra problemática ambiental, la generación de aguas residuales que, de no ser tratadas previo a su desecho, representan un riesgo ecológico.

A partir de esta preocupación surge el presente trabajo de investigación, cuyo objetivo es diseñar un corpus de datos de caracterización de dichas aguas residuales, con el fin de ser utilizado en algoritmos de predicción.

Design of a wastewater data corpus from the lithium hydrometallurgical extraction process in batteries for use in prediction algorithms

Ing. Daniela Del Ángel Pérez

Abstract

The exponential use of lithium in global industry has led to an increase in the environmental, ecological, and health impacts associated with its extraction. As a result, concern over recovering this valuable material has gained relevance in recent years, driving research into lithium recycling methods from waste batteries.

This is where hydrometallurgy emerges as a recovery alternative, being one of the least costly methods to carry out the process. However, lithium recycling through hydrometallurgy presents a new environmental issue: the generation of wastewater, which, if not properly treated before final disposal, poses an ecological risk.

In response to this issue, this research aims to design a characterization data corpus of such wastewater for use in prediction algorithms.

Índice General

Agradecimientos	IV
Resumen	VI
Abstract	VII
Índice Tablas	XI
Índice de Figuras	XII
Abreviaciones	XIV
1 Introducción	1
1.1 Planteamiento del problema	2
1.1.1. Impacto social por la extracción de minerales	3
1.1.2. Impactos en el medio ambiente por la extracción de minerales	4
1.1.3. Impactos en la salud por la extracción de minerales	5
1.2 Objetivo General	7
1.3 Objetivos Específicos	7
1.4 Preguntas de investigación	7
1.5 Hipótesis	8
1.6 Justificación y beneficios del estudio	8
1.7 Alcances y limitaciones	12
2 Marco Teórico	15

2.1.	Conceptos referentes a las baterías Ion-Litio	16
2.2.	Proceso hidrometalúrgico	25
2.3.	Conceptos referentes al tratamiento de aguas.....	28
2.4	Corpus de datos y algoritmos de predicción.....	33
3	Estado del Arte.....	36
3.1.	Avances en la extracción de litio en baterías de desecho por hidrometalurgia 37	
3.2.	Avances en el tratamiento de aguas residuales	47
4.	Propuesta de solución	56
4.1	Lixiviación de LIBs	60
4.2	Caracterización de aguas residuales	61
4.3	Diseño del corpus de datos	69
5.	Productos y resultados	72
5.1	Pretratamiento de las baterías.....	73
5.2	Curva de calibración de caracterización litio.....	76
5.3	Resultados de lixiviación	78
5.4	Caracterización de aguas residuales	84
5.5	Diseño del corpus de datos	87
6	Conclusiones, recomendaciones y trabajos futuros.....	94
6.1	Conclusiones	94
6.2	Recomendaciones y trabajos futuros	96
	Anexo A	102
	Anexo B.....	105

Anexo C	107
----------------------	------------

Anexo D	114
----------------------	------------

Índice Tablas

Tabla 1 Principales Aplicaciones y características de los principales tipos de cátodos.	22
Tabla 2. Tipos de tratamientos de aguas residuales según su clasificación.	31
Tabla 3 Reacciones de extracción de Litio en LIBs con distintos agentes lixiviantes.	37
Tabla 4 Porcentajes de extracción de Litio en LIBs con HCl y H ₂ SO ₄ como agentes lixiviantes.....	39
Tabla 5 Resumen de procesos hidrometalúrgicos, se incluye la etapa de pretratamiento y los parámetros más relevantes durante la lixiviación.....	42
Tabla 6 Análisis de características de baterías ion-Li presentadas por diversos autores.....	44
Tabla 7 Principales clases de ligandos presentes en la pared celular de las microalgas y su afinidad a distintos tipos de clases de metales.....	52
Tabla 8 Resumen y comparación de trabajos del estado del arte.	54
Tabla 9 Características de las baterías utilizadas para la extracción de litio.	73
Tabla 10 Concentraciones de las soluciones estándar.	77
Tabla 11 Señales de respuesta (corriente) para cada solución estándar.	77
Tabla 12 Condiciones de lixiviación de LIBs para muestras de cátodo.	82
Tabla 13 Resultados de la caracterización de las aguas residuales obtenidas en el proceso de extracción de litio por muestra.	84
Tabla 14 Descripción de los atributos que conforman el corpus de datos y los rangos de valores que pueden tomar.	88
Tabla 15 Resultados de eficiencia de los algoritmos de aprendizaje supervisado entrenados con el corpus de datos.....	92

Índice de Figuras

Figura 1 Vinculación de ideas generales.	2
Figura 2 Funcionamiento básico de una batería Ion-Li.....	20
Figura 3 Flujo de electrones en una batería Ion-Li.....	24
Figura 4 Diagrama UML de actividades generales.	58
Figura 5 Diagrama general del proceso de extracción de Li en baterías.	59
Figura 6 Diagrama de contexto que muestra la información de entrada y salida para el diseño del corpus de datos.	59
Figura 7 Método determinación de acidez en aguas residuales. NMX-AA-036-SCFI-2001.	62
Figura 8 Medición de temperatura en aguas residuales. NMX-AA-007-SCFI-2013.....	64
Figura 9 NMX-AA-008-SCFI-2016 para medición de pH en aguas residuales.....	66
Figura 10 Medición de sólidos disueltos totales con dispositivo medidor TDS.	68
Figura 11 Proceso de desmantelamiento de una batería de litio.....	74
Figura 12 Obtención del electrodo en rollo de la batería.	74
Figura 13 Separación de la placa del ánodo, es fácilmente identificable debido al color característico del cobre.	75
Figura 14 Separación de la placa del cátodo, el aluminio al que el componente de litio está adherido ayuda a identificarla.....	75
Figura 15 Cátodo pulverizado.	76
Figura 16 Curva de calibración obtenida por las señales de corriente de las soluciones estándar de LiClO_4 y KCl	78
Figura 17 Respuesta de la corriente en la muestra 1 caracterizada por VBL con un potencial eléctrico de 0 a -4V.....	81
Figura 18 Ejemplo de las señales obtenidas en <i>Origin</i> con el análisis de picos (muestra 1).	81
Figura 19 Resultados del análisis de correlación entre los atributos del proceso de lixiviación de litio.	90
Figura 20 Resultados del análisis de correlación entre los atributos de la caracterización de aguas residuales.	91

Figura 21 Resultado de prueba de validación usando el algoritmo árbol de decisión para predicción del porcentaje de extracción de litio en muestra 18.....93

Abreviaciones

CONAGUA: Comisión Nacional del Agua

DMSO: Dimetil Sulfoxido

EVs: Vehículos eléctricos

LAN: Ley de Aguas Nacionales

LIBs: Baterías Ion-Litio

LGEEPA: Ley General del Equilibrio Ecológico y Protección al Ambiente

NMX: Norma técnica mexicana

NOM: Norma Oficial Mexicana

SEMARNAT: Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales

SP: Solución piraña

TDS: Sólidos disueltos totales

VBL: Voltametría de barrido lineal

1 Introducción

En los últimos años, el litio ha experimentado un crecimiento exponencial en su demanda debido a su importancia en la fabricación de baterías para dispositivos electrónicos, vehículos eléctricos y sistemas de almacenamiento de energía renovable. Sin embargo, este incremento ha generado una problemática dual: por un lado, la preocupación por la disponibilidad futura del recurso y, por otro, los impactos ambientales asociados a su extracción y procesamiento.

Ante este escenario, el reciclaje de baterías de litio se ha posicionado como una solución indispensable para recuperar materiales valiosos (como litio, cobalto y níquel), reducir la dependencia de la minería y minimizar los residuos electrónicos. Entre las técnicas de reciclaje más empleadas destaca el proceso hidrometalúrgico, el cual disuelve los componentes de las baterías en soluciones acuosas para recuperar los metales. No obstante, este método genera aguas residuales con contaminantes como sulfatos y el aumento en la acidez del agua, lo que plantea un nuevo desafío ambiental.

La caracterización de estas aguas residuales es fundamental para evaluar su impacto y diseñar tratamientos eficaces que cumplan con la normativa vigente. En México, el marco legal ambiental, incluyendo la *Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente* (LGEEPA), la *Ley de Aguas Nacionales* (LAN) y la *NOM-127-SSA1-1994*, establece límites máximos permisibles para contaminantes en descargas de aguas, exigiendo su tratamiento previo a la disposición final.

En este contexto, resulta crucial integrar toda esta información en un corpus de datos que formalice la relación entre el proceso de reciclaje de baterías con la caracterización de las aguas residuales. Dicha base de conocimiento adquiere relevancia al permitir el uso de modelos basados en aprendizaje supervisado, facilitando la predicción de las variables del proceso de reciclaje, la composición de las aguas residuales y transformando los datos en herramientas para clasificación y toma de decisiones.

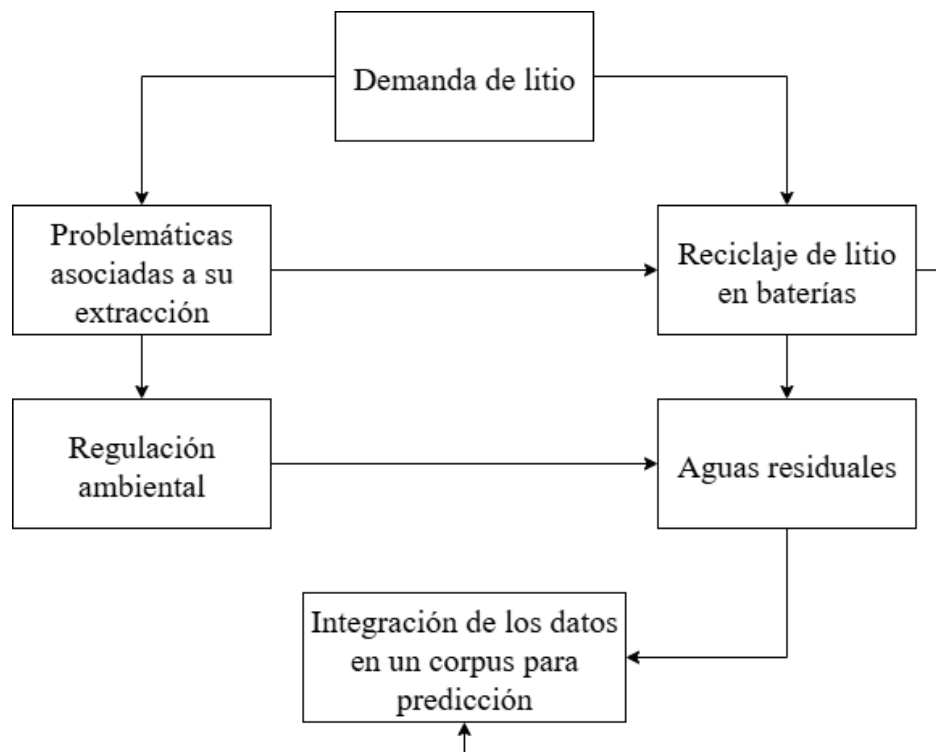


Figura 1 Vinculación de ideas generales.

1.1 Planteamiento del problema

El litio es un metal altamente reactivo que, al entrar en contacto con agua, genera reacciones violentas capaces de provocar incendios o explosiones. Asimismo, su exposición prolongada a ambientes húmedos favorece la formación de nitruros, compuestos que incrementan su potencial inflamable. Aunque su capacidad de bioacumulación en organismos vivos es

limitada, estudios recientes señalan que concentraciones elevadas de litio pueden ser nocivas para la salud humana, ya que se absorbe principalmente por vía gastrointestinal y se excreta a través del sistema renal.

En México, la ausencia de normativas específicas para la extracción minera de litio o su recuperación a partir de baterías de ion-litio (LIBs) usadas ha derivado en que estos residuos sean depositados en vertederos municipales sin tratamiento alguno. Ante este escenario, se han explorado tres métodos principales para su reciclaje: hidrometalurgia, pirometalurgia y reciclaje directo (mecánico) [1].

Entre estas técnicas, la hidrometalurgia destaca por su eficiencia en la recuperación de metales, su bajo consumo energético y su menor generación de emisiones gaseosas en comparación con la pirometalurgia. No obstante, su principal limitación ambiental radica en la producción de aguas residuales ácidas [2], un aspecto poco estudiado a pesar de su relevancia [2].

Estos efluentes contienen residuos de agentes lixiviantes (como H_2SO_4 , HCl o HNO_3), sulfatos, cloruros, nitratos y iones metálicos disueltos. Si no son tratados adecuadamente, pueden contaminar cuerpos de agua, alterar ecosistemas acuáticos y afectar la salud pública. Por ejemplo, altas concentraciones de cloruros y sulfatos provocan salinización, daños a la flora y fauna, y riesgos para la agricultura o el consumo humano. Por ello, es crucial caracterizar estas aguas residuales para diseñar estrategias de mitigación que minimicen su impacto.

1.1.1. Impacto social por la extracción de minerales

La actividad extractiva de litio puede ocasionar transformaciones notables en las comunidades cercanas. Por un lado, la obtención de este recurso podría provocar el desplazamiento de habitantes originarios y alterar sus formas de vida tradicionales, como la pesca o el cultivo. Asimismo, el procesamiento del litio implica riesgos sanitarios, dado que la manipulación de sustancias químicas peligrosas durante su extracción y refinamiento

puede desencadenar afecciones respiratorias y otras complicaciones médicas. No obstante, este mineral también representa una oportunidad para impulsar energías renovables y elevar el bienestar global [3].

La explotación de litio puede generar consecuencias notables en el ámbito social de las poblaciones cercanas, particularmente en aspectos vinculados a la inclusión y la autonomía de los habitantes. Asimismo, la obtención de este recurso podría alterar prácticas ancestrales, como el cultivo y la cría de animales, poniendo en riesgo no solo su economía, sino también su identidad cultural.

Resulta fundamental considerar estas implicaciones al definir políticas y estrategias sobre la extracción y aprovechamiento del litio, con el objetivo de potenciar sus ventajas y atenuar sus efectos adversos [3].

1.1.2. Impactos en el medio ambiente por la extracción de minerales

La explotación de minerales ha experimentado una evolución significativa desde sus orígenes, que se remontan a hace unos 43.000 años. No obstante, la minería a gran escala, tal como se conoce hoy, se desarrolló principalmente en los últimos tres siglos, impulsada por el crecimiento demográfico e industrial acelerado, lo que incrementó la demanda global de recursos [4]. Este incremento ha generado una creciente preocupación por la sostenibilidad en la explotación de dichos recursos, impulsando la búsqueda de alternativas como el reciclaje de minerales, entre ellos el litio. La implementación de procesos de reciclaje, específicamente la extracción con lixiviación, y la posterior caracterización de las aguas residuales generadas, son actividades que producen un flujo de datos importantes. Por lo tanto, comprender la información aportada por estos datos es fundamental para la construcción y consolidación de un corpus de datos, permitiendo definir atributos específicos relacionados con la eficiencia de los procesos de recuperación y el impacto ambiental generado.

Si bien se han buscado alternativas de reciclaje para disminuir el impacto ambiental, la extracción directa en yacimientos de minerales genera efectos adversos en los ecosistemas:

- **Modificación del relieve:** Las explotaciones sobre la superficie de la tierra provocan grandes cavidades en el terreno, acompañadas de deforestación masiva. Esto desencadena procesos erosivos, destrucción de hábitats naturales, reducción de la biodiversidad y alteración de ciclos ecológicos fundamentales, como el ciclo hidrológico.
- **Emisiones atmosféricas:** Durante la extracción de minerales, se liberan partículas en suspensión y gases nocivos originados en las explosiones para romper rocas, que no solo afectan la salud respiratoria de las poblaciones y fauna aledañas, sino que también contribuyen al calentamiento global al intensificar el efecto invernadero.
- **Afectación de cuerpos de agua superficiales:** Derrames accidentales de sustancias químicas utilizadas en la minería pueden llegar a ríos y lagos, generando toxicidad en los organismos acuáticos y bioacumulación de contaminantes a lo largo de las cadenas tróficas.
- **Polución de acuíferos:** Los residuos mineros, arrastrados por las precipitaciones, pueden infiltrarse en las capas freáticas, degradando reservas de agua subterránea de vital importancia.
- **Pérdida de biodiversidad:** La combinación de estos factores conduce a la disminución de poblaciones de flora y fauna, así como a la fragmentación y destrucción de sus entornos naturales.

1.1.3. Impactos en la salud por la extracción de minerales

La explotación de recursos minerales conlleva diversos riesgos para la salud de los trabajadores y poblaciones aledañas, manifestándose en múltiples afecciones como dermatitis, alteraciones en la pigmentación cutánea, hipoacusia, trastornos neurológicos, entre otras patologías.

Los minerales se clasifican en diversas categorías según su composición química: elementos nativos, compuestos sulfurados, haluros, óxidos, hidróxidos y carbonatos, entre otros. Esta diversidad mineralógica incluye sustancias con distintos grados de toxicidad para el organismo humano, ya sea por ingestión, inhalación o contacto dérmico. Durante los procesos extractivos, los operarios están particularmente expuestos a estos riesgos, presentando frecuentemente malestares y síntomas agudos.

Estudios epidemiológicos han demostrado una correlación significativa entre la intensificación de la actividad minera y el deterioro de la salud pública. Las comunidades expuestas muestran mayor incidencia de patologías cardiopulmonares, enfermedad pulmonar obstructiva crónica, hipertensión, enfermedad pulmonar y enfermedad renal. Esta situación se agrava en regiones con altos índices de producción minera, donde los indicadores de morbilidad superan considerablemente los promedios nacionales.

La exposición prolongada a metales pesados y partículas en suspensión constituye uno de los principales factores de riesgo, afectando tanto a los trabajadores directamente expuestos como a las poblaciones cercanas a las zonas de explotación [4].

Estos elementos de riesgo pueden ser considerados como información de partida fundamental en la construcción del corpus de datos, sirviendo para definir atributos clave que lo conformen. En este sentido, identificar el tipo de metal extraído permite establecer una correlación directa con las características específicas de las aguas residuales generadas durante su proceso de obtención. Esta relación, a su vez, sirve como base dentro del corpus para vincular tanto las propiedades del mineral como con el tipo de batería de litio producida junto a los elementos que la componen y su respectiva caracterización de aguas residuales, facilitando mediante algoritmos de predicción un análisis general partiendo desde la extracción minera hasta la fabricación de baterías Ion-Li y su reciclaje.

1.2 Objetivo General

Diseñar un corpus de datos de caracterización de aguas residuales del proceso de reciclaje hidrometalúrgico de litio en baterías usadas con H_2SO_4 como agente lixivante para su uso en algoritmos de predicción.

1.3 Objetivos Específicos

1. Obtener datos experimentales del proceso de extracción de litio y caracterización de aguas residuales.
2. Definir los atributos del corpus para caracterización de aguas residuales.
3. Usar algoritmos de predicción para comprobar la eficiencia del corpus.

1.4 Preguntas de investigación

- ¿Se puede crear un corpus de datos que permita caracterizar el agua residual del proceso de extracción hidrometalúrgica de litio en baterías?
- ¿Los atributos del corpus de datos son precisos y confiables para su funcionamiento en algoritmos de predicción?
- ¿Cuáles son los atributos que aportan mayor peso al corpus de datos?
- ¿Todos los atributos son fundamentales para la obtención de información o se pueden reducir en número?
- ¿El corpus de datos permitirá realizar predicciones del tratamiento del agua residual adecuado cuando se introduzcan datos nuevos como atributos?
- ¿El corpus de datos permitirá la predicción de atributos diferentes al tratamiento de agua residual?

1.5 Hipótesis

Es posible diseñar un corpus de datos que caracterice la extracción hidrometalúrgica de Litio en baterías y las aguas residuales del proceso para su uso en algoritmos de aprendizaje supervisado.

1.6 Justificación y beneficios del estudio

Las baterías de iones de litio (LIBs) han experimentado un crecimiento sostenido en su demanda durante las últimas tres décadas, impulsado principalmente por la expansión del sector electrónico. Estas baterías se han posicionado como la principal opción energética para dispositivos móviles debido a su diseño compacto y su notable eficiencia en almacenamiento, con rangos de voltaje que oscilan entre 3.2 y 4 V [5].

Según datos de 2017, aproximadamente un tercio de la producción global de litio estaba destinada a la manufactura de LIBs [6]. Expertos advierten que, de no implementarse sistemas efectivos de reciclaje, podríamos enfrentar un déficit crítico de este material en los próximos años. Este escenario se agrava considerando su creciente aplicación en los sectores tecnológico y automotriz, junto con un ciclo de vida promedio que no supera los 36 meses, lo que genera un volumen considerable de desechos. El manejo inadecuado de las LIBs usadas conlleva graves impactos ecológicos, ya que contienen componentes peligrosos y combustibles, además de representar un proceso de fabricación con elevados costos energéticos [7]. La recuperación y reutilización de estos componentes permite disminuir la explotación de materias primas y optimizar el gasto energético.

Ante esta situación, se han desarrollado diversos métodos para la recuperación de materiales en LIBs. Los principales enfoques actuales incluyen: procesos pirometalúrgicos, que generan emisiones contaminantes a la atmósfera, demandan gran cantidad de energía y presentan baja eficiencia en la recuperación metálica; técnicas hidrometalúrgicas, que, aunque efectivas, emplean sustancias químicas contaminantes durante la lixiviación; y la biolixiviación, que

aprovecha microorganismos para la extracción metálica con menor impacto ambiental y requerimientos operativos [7]. No obstante, los métodos basados en biolixiviación muestran menores tasas de recuperación. Comparando estas alternativas, solo la hidrometalurgia logra porcentajes de extracción superiores al 90% para metales como Li, Co, Mn y Cu, alcanzando en ciertos procedimientos hasta el 99% de eficiencia.

La caracterización de las aguas residuales generadas por la hidrometalurgia es un paso esencial para comprender mejor la complejidad de este subproducto. Mediante el análisis detallado de la composición de estas aguas residuales, se pretende construir un corpus de datos confiable. Este corpus contendrá atributos clave que reflejen las características únicas de las aguas residuales de la hidrometalurgia cuando se utiliza H_2SO_4 como agente lixivante.

La utilización de algoritmos de clasificación ofrece una poderosa herramienta para el análisis de estos datos. Al aplicar técnicas de aprendizaje automático, se puede entrenar un sistema capaz de identificar patrones y relaciones entre los diferentes atributos de las aguas residuales y los tratamientos de agua más efectivos para su potabilización. Este enfoque permite no solo comprender mejor la naturaleza de las aguas residuales, sino también anticipar y planificar estratégicamente el proceso de tratamiento de manera más precisa.

Justificación

La creación del corpus de datos se fundamenta en la necesidad de formalizar una base sólida de información que abarque diversos aspectos relacionados con el proceso de reciclaje de baterías de litio mediante métodos hidrometalúrgicos. Este enfoque integral parte desde la caracterización detallada de las propias baterías de litio.

Además de la caracterización de las baterías de litio, el corpus de datos también incluirá información detallada sobre las variables y parámetros involucrados en el proceso de reciclaje mediante métodos hidrometalúrgicos. Esto implica la identificación de diversas variables que intervienen en el proceso para lograr una extracción eficiente de litio, como lo

son los tiempos y temperaturas de reacción, los agentes lixiviantes utilizados, las concentraciones de las muestras y reactivos, entre otros.

Un aspecto crucial del proyecto es la caracterización del agua residual generada durante el proceso de reciclaje de baterías de litio. Este análisis comprende la identificación de los contaminantes presentes en el agua residual, como metales pesados, compuestos secundarios creados durante la reacción de lixiviación y otros productos de desecho resultantes del proceso de reciclaje. Esta caracterización detallada del agua residual es fundamental para comprender su composición y evaluar su tratamiento antes de darle disposición final, de acuerdo con las leyes ambientales.

La integración de todas estas características en un único corpus de datos proporciona una visión completa del proceso de reciclaje de baterías de litio mediante métodos hidrometalúrgicos, así como de los desafíos asociados con la caracterización de las aguas residuales generadas durante este proceso. Esta información es fundamental para desarrollar predicciones precisas que permitan identificar el tratamiento de agua más adecuado en función de las características específicas de cada caso.

Al utilizar algoritmos de clasificación para analizar este corpus de datos, se pueden identificar patrones y relaciones complejas entre las variables, lo que facilita la predicción del tratamiento de agua más efectivo para mitigar los impactos ambientales y garantizar el cumplimiento de las regulaciones. En última instancia, este enfoque integrado no solo contribuye a optimizar el proceso de reciclaje de baterías de litio, sino que también promueve una gestión más sostenible y responsable de los recursos naturales y el medio ambiente. Asimismo, los algoritmos no están limitados al análisis y predicción de un solo atributo del corpus de datos, sino que también pueden ser usados para predecir nuevos valores de cualquier atributo que forme parte de este.

Beneficios

Además de la formalización de un corpus con los datos mencionados con anterioridad, existen más beneficios que pueden alcanzarse a futuro con la implementación de la información recabada en el corpus y sus predicciones para el tratamiento de aguas residuales de este proceso en particular.

En primer lugar, la predicción del tratamiento de agua conlleva una mejora a futuro en la eficiencia operativa del reciclaje de baterías mediante métodos hidrometalúrgicos, al minimizar el consumo de recursos y reducir los costos asociados al tratamiento de aguas residuales. Esta eficiencia operativa no solo se traduce en ahorros financieros, sino también en una reducción de la huella ambiental, al disminuir la cantidad de residuos generados y el impacto en el medio ambiente.

Las descargas y el tratamiento de aguas residuales están regulados por la *Ley General del Equilibrio Ecológico y Protección al Ambiente* (LGEEPA) [8] y la *Ley de Aguas Nacionales* (LAN) [9], las cuales son de carácter obligatorio para cualquier procedimiento que genere aguas residuales. El uso de algoritmos de clasificación para predecir el tratamiento de agua adecuado contribuye a garantizar el conocimiento pertinente para el cumplimiento de los estándares ambientales y regulatorios establecidos por las autoridades competentes. Esto ayuda a mitigar el riesgo de multas y sanciones legales.

En última instancia, este proyecto promueve una gestión más inteligente y proactiva de los recursos hídricos, al fomentar la adopción de prácticas de tratamiento de agua más eficientes y respetuosas con el medio ambiente. Al comprender mejor las características y necesidades específicas de las aguas residuales de la hidrometalurgia, se pueden diseñar a futuro soluciones personalizadas y adaptadas a las condiciones particulares de cada proceso industrial, maximizando así el impacto positivo en términos de conservación de recursos y protección del medio ambiente.

1.7 Alcances y limitaciones

La hidrometalurgia, como metodología para la extracción de metales mediante procesos de lixiviación con agentes ácidos o básicos, ha sido objeto de numerosas investigaciones científicas a lo largo de las últimas décadas. Los estudios existentes han evaluado de manera exhaustiva el comportamiento de diversos agentes lixiviantes, destacando entre los ácidos inorgánicos el ácido clorhídrico (HCl), el ácido sulfúrico (H_2SO_4) y el ácido nítrico (HNO_3), así como ácidos orgánicos de origen natural como el ácido cítrico, málico, tartárico, oxálico y ascórbico, entre otros compuestos de interés. Cada uno de estos agentes presenta un perfil único en términos de eficiencia de lixiviación, selectividad química, costos operativos y aspectos ambientales, características que están directamente influenciadas no solo por la naturaleza intrínseca del agente químico empleado, sino también por variables operacionales críticas como la concentración molar, el rango de temperaturas de trabajo, los tiempos de contacto y la posible inclusión de aditivos o catalizadores que puedan modificar la cinética de las reacciones.

Limitaciones en la selección del agente lixiviante

Para el desarrollo de esta investigación, se ha establecido como criterio fundamental la utilización exclusiva del ácido sulfúrico (H_2SO_4) en su función como agente lixiviante principal. Esta decisión metodológica se sustenta en las siguientes consideraciones técnicas y logísticas:

- Delimitación temporal y de alcance: La incorporación de múltiples agentes lixiviantes en el estudio implicaría la necesidad de realizar caracterizaciones exhaustivas de los residuos generados por cada variante química, lo que representaría una expansión significativa en los requerimientos de tiempo, recursos materiales y capacidad analítica, aspectos que exceden los límites establecidos para este proyecto.
- Control de variables operativas: El diseño experimental se ha estructurado para examinar específicamente parámetros operacionales susceptibles de modulación controlada, entre los cuales se han seleccionado como fundamentales:

- El rango de concentraciones molares del H_2SO_4 ,
- La incorporación o exclusión de agentes catalíticos,
- La duración del proceso de lixiviación,
- La implementación de sistemas de agitación mecánica y su intensidad.

Esta focalización permite realizar un análisis pormenorizado de los efectos particulares del H_2SO_4 en los procesos de lixiviación, evitando interferencias metodológicas derivadas de la inclusión de otros ácidos con mecanismos de acción diferentes.

Caracterización de las aguas residuales generadas

La etapa de lixiviación, siendo fundamental para la recuperación de metales valiosos, genera inevitablemente corrientes residuales cuya composición química está directamente determinada por la naturaleza del agente lixivante empleado. En el contexto particular de este estudio, al emplearse H_2SO_4 como reactivo principal, los constituyentes contaminantes más relevantes presentes en los efluentes incluirán:

- Modificaciones del equilibrio ácido-base: La utilización de H_2SO_4 induce una disminución considerable del pH en las aguas residuales, alteración que afecta directamente tanto su capacidad de tratamiento posterior como su potencial impacto ecológico.
- Formación de especies sulfatadas: Las reacciones químicas características del proceso generan aniones sulfato (SO_4^{2-}) como subproductos, los cuales constituyen indicadores fundamentales de contaminación y cuyo monitoreo resulta esencial para evaluaciones ambientales.
- Contenido de sólidos disueltos: La presencia de especies metálicas y otros compuestos solubilizados durante las etapas de procesamiento contribuye significativamente a la carga contaminante global del efluente.

Es crucial enfatizar que el esquema analítico no contemplará la evaluación de otros parámetros incluidos en la NOM-127-SSA1-2021 (como metales pesados no vinculados al

proceso específico o compuestos orgánicos persistentes), dado que estos no son derivados característicos de los procesos de lixiviación con H_2SO_4 bajo las condiciones operacionales definidas. Esta exclusión deliberada optimiza la asignación de recursos analíticos y garantiza la relevancia directa de todos los datos incluidos en el corpus de investigación.

Limitaciones en los algoritmos de predicción empleados

El marco computacional de este estudio se circunscribe específicamente al empleo de algoritmos pertenecientes al aprendizaje supervisado, con especial énfasis en las siguientes técnicas:

- Modelos de regresión lineal múltiple,
- Árboles de decisión con poda de complejidad,
- Algoritmos K-Nearest Neighbors (KNN) con optimización de parámetros,
- Análisis discriminante lineal con validación cruzada,
- Gaussian,
- Máquinas de soporte vectorial (SVM).

Consideraciones sobre el tratamiento de aguas residuales

Es imperativo señalar que el presente estudio no contempla la realización de experimentación práctica directa en sistemas de tratamiento de aguas residuales. La base de datos se construirá mediante la integración de información proveniente de fuentes bibliográficas rigurosamente seleccionadas y estudios previos debidamente validados, lo que permite desarrollar un análisis teórico-empírico robusto sin incurrir en los costos y plazos asociados a campañas experimentales exhaustivas. Si bien los algoritmos de predicción desarrollados podrán generar recomendaciones sobre posibles estrategias de tratamiento basadas en los patrones identificados, estas sugerencias no serán sometidas a validación experimental directa, limitación inherente al enfoque computacional adoptado pero que no invalida el potencial heurístico de los resultados obtenidos.

2 Marco Teórico

En la búsqueda de fuentes de energía sostenibles y tecnologías limpias, el litio ha emergido como un recurso invaluable debido a su papel crucial en la alimentación de baterías recargables y sistemas de almacenamiento de energía. Este elemento, clasificado como metal alcalino, destaca por su alta conductividad eléctrica y su capacidad para almacenar energía de manera eficiente.

La extracción de litio es un proceso esencial para abastecer esta creciente demanda. Uno de los enfoques más relevantes en la hidrometalurgia es su uso para extracción de metales no solo en reservas mineras, sino a partir de baterías ion-Li de desecho. Este método se ha convertido en una alternativa atractiva frente a métodos tradicionales, debido a su menor huella ambiental.

A pesar de los beneficios de la hidrometalurgia, se debe prestar atención a la gestión de las aguas residuales generadas en este proceso. Estas aguas residuales, que pueden contener contaminantes y subproductos químicos, representan un desafío ambiental que debe abordarse de manera responsable. El tratamiento adecuado de las aguas residuales del proceso de extracción es esencial para evitar la contaminación de cuerpos de agua y para mantener la integridad de los ecosistemas acuáticos.

Estos métodos de tratamiento pueden incorporar procesos físicos, químicos y biológicos, diseñados para eliminar, reducir o recuperar los contaminantes presentes en las aguas residuales.

Adicionalmente, este capítulo aborda conceptos fundamentales de algoritmos de aprendizaje supervisado, herramientas esenciales para el análisis y optimización de procesos complejos como los aquí descritos.

El marco teórico hace una revisión de los conceptos más relevantes que ayuden a entender los procesos de extracción de litio, el tratamiento de aguas residuales y el uso de los algoritmos de aprendizaje supervisado para el manejo de los datos. La comprensión integral de todo este conjunto de conceptos proporciona las bases necesarias para la adecuada comprensión general de la propuesta de elaboración del corpus de datos, que constituye el objetivo central de la investigación.

2.1. Conceptos referentes a las baterías Ion-Litio

Litio

El litio destaca por ser el metal más ligero conocido, además de presentar el mayor potencial electroquímico y la mayor capacidad de almacenamiento energético. Cuando se emplea como electrodo negativo en baterías recargables, permite alcanzar voltajes elevados y una notable capacidad, lo que se traduce en una densidad energética excepcionalmente alta.

Este elemento ocupa la segunda posición dentro del Grupo 1 de la Tabla Periódica, siendo el tercer elemento más ligero que se conoce. Se caracteriza por tener un radio atómico reducido y una baja energía de ionización. Estas propiedades particulares influyen positivamente en el rendimiento de los sistemas de acumulación de energía que lo incorporan [10].

En la actualidad, el litio ha emergido como una alternativa clave para reducir la dependencia de los hidrocarburos. Aunque se trata de un recurso no renovable, sus cualidades

excepcionales le han valido el apodo de "oro blanco". Entre sus múltiples usos industriales, destaca especialmente su aplicación en sistemas de acumulación energética y producción de baterías, impulsando así la transición hacia energías más limpias. Pese a ser abundante en la corteza terrestre, su extracción resulta compleja debido a su elevada reactividad química.

Baterías Ion-Li

En la última década, las baterías Ion-Li han captado gran interés como uno de los sistemas de almacenamiento de energía más eficientes y recargables. Hoy en día, son la principal fuente de alimentación para la mayoría de los dispositivos electrónicos portátiles.

Consideradas el pilar de la revolución digital desde hace más de veinte años, su popularidad coincidió con su introducción comercial. Desde entonces, su demanda ha crecido exponencialmente, especialmente por el auge de los vehículos eléctricos (EVs). Según estimaciones, se requerirán cerca de 100 GWh de baterías Ion-Li para satisfacer las necesidades del mercado, donde los EVs podrían absorber hasta el 50% de la producción global.

Además de su uso en electrónica y movilidad, estas baterías desempeñan un papel crucial en la estabilización de redes eléctricas, compensando la intermitencia de fuentes renovables como la energía solar y eólica. Por ejemplo, el excedente generado por paneles solares durante el día puede almacenarse en baterías Ion-Li y utilizarse por la noche, cuando la generación fotovoltaica es nula [11].

Composición y Funcionamiento

Las baterías Ion-Li emplean un ánodo de grafito y un cátodo compuesto por óxido de cobalto (LiCoO_2), fosfato de hierro y litio (LiFePO_4) u óxido de manganeso (LiMn_2O_4). A diferencia de tecnologías más antiguas, ofrecen una alta densidad energética [11], pero presentan limitaciones:

- No toleran descargas profundas, por lo que incluyen circuitos de protección para evitar sobrecargas o descargas completas, las cuales degradan su vida útil.

- Carecen de efecto memoria, permitiendo cargas parciales sin afectar su capacidad.
- Son sensibles a temperaturas extremas, lo que puede reducir su eficiencia.

Ventajas y Desafíos

Su diseño ligero, potente y recargable ha impulsado el desarrollo de dispositivos como smartphones, laptops, vehículos eléctricos e incluso marcapasos. Asimismo, son fundamentales para almacenar energía renovable, facilitando la transición hacia un modelo energético libre de combustibles fósiles.

Gracias a la reversibilidad de sus reacciones electroquímicas, logran una alta conductividad iónica y soportan cientos de ciclos de carga/descarga. Sin embargo, materiales como el LiCoO_2 presentan inconvenientes: elevado costo, escasez y toxicidad del cobalto, lo que ha motivado la búsqueda de alternativas más sostenibles.

Reacciones Químicas (Carga/Descarga)

A continuación, se detallan las semirreacciones en cada electrodo y la ecuación global, asumiendo una oxidación total:

Cátodo: $\text{CoO}_2 + \text{Li}^+ + e^- \xrightarrow{\text{descarga}} \text{LiCoO}_2 (s)$

Ánodo: $\text{LiC}_6 (s) \xrightarrow{\text{descarga}} 6\text{C} (\text{grafito}) + \text{Li}^+ + e^-$

$\text{LiC}_6 (s) \xrightarrow{\text{descarga}} \text{LiCoO}_2 (s) + 6\text{C} (\text{grafito})$

Proceso de Carga en Baterías de Ion-Li

Durante la carga, los cationes de Co^{3+} presentes en el cátodo ($\text{LiCo}^{3+}\text{O}_2$) se oxidan a Co^{4+} (Co^{4+}O_2), liberando electrones que circulan a través del circuito externo hacia el ánodo. Allí, reducen el carbono grafítico a un estado formal de C^{6-} . Simultáneamente, los iones Li^+ migran desde el cátodo a través del electrolito, incorporándose entre las capas del ánodo para compensar la carga negativa y formando el compuesto LiC_6 .

Ventajas y Desventajas de las Baterías de Ion-Li

Ventajas:

- Alta densidad energética: mayor capacidad de almacenamiento por unidad de peso.
- Ligereza y perfil delgado: ideales para dispositivos portátiles.
- Ausencia de efecto memoria: no requieren descarga completa antes de recargar.
- Descarga lineal: voltaje estable durante su uso.
- Baja autodescarga: conservan carga por más tiempo en reposo.

Desventajas:

- Vida útil limitada: degradación progresiva tras ciclos de carga.
- Número finito de recargas: generalmente entre 300 y 500 ciclos completos.
- Costo elevado: mayor inversión inicial comparado con otras tecnologías.
- Riesgo de sobrecalentamiento: sensibilidad a temperaturas altas.
- Bajo rendimiento en frío: reducción de eficiencia en ambientes gélidos.

Fundamentos de las baterías de iones de litio

Estructura Básica de una Celda de Ion-Li

Cada celda consta de:

- Un cátodo (electrodo positivo) y un ánodo (electrodo negativo), sumergidos en un electrolito conductor de iones de litio.
- Un separador, típicamente una membrana micro porosa de material polimérico, que evita el contacto físico entre los electrodos, pero permite el paso de los iones de litio, bloqueando el flujo de electrones.

Además de los electrolitos líquidos convencionales, se han investigado alternativas como electrolitos poliméricos, geles electrolíticos y electrolitos cerámicos para optimizar el rendimiento en diferentes aplicaciones. La Figura 2 muestra el esquema operativo de una celda estándar de Ion-Li [12].

Evolución y Fabricación

El diseño fundamental de estas baterías se mantiene similar al introducido por Sony hace veinte años, aunque se han desarrollado numerosas variantes en:

- Materiales para electrodos
- Composición de electrolitos
- Tipos de separadores

En el proceso industrial, las celdas suelen ensamblarse en estado descargado, ya que los materiales catódicos (como LiCoO_2 o LiFePO_4) y anódicos (como el carbono) presentan estabilidad atmosférica, facilitando su manipulación segura durante la producción.

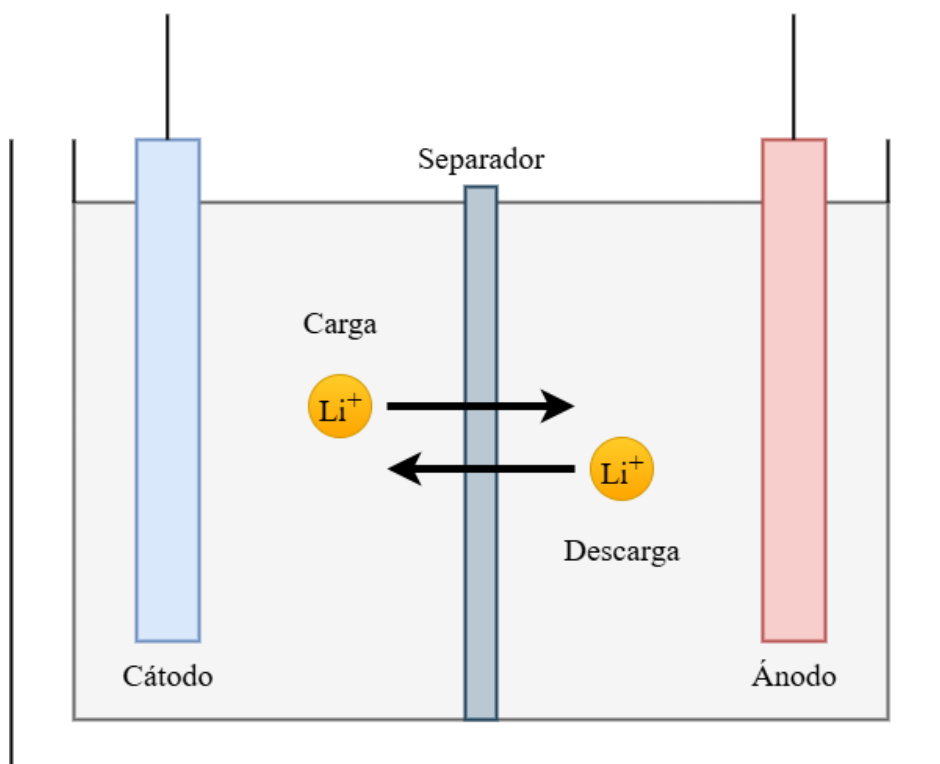


Figura 2 Funcionamiento básico de una batería Ion-Li.

Materiales catódicos en baterías de iones de litio

En el ámbito de las baterías recargables de litio, los compuestos LiCoO_2 (óxido de cobalto y litio) y LiFePO_4 (fosfato de hierro y litio) destacan como los materiales catódicos más

empleados en aplicaciones comerciales, principalmente por su larga vida útil (superior a 500 ciclos de carga/descarga) [13].

LiCoO₂: Características y limitaciones

Este material ofrece varias ventajas clave:

- Sencilla producción a escala industrial
- Estabilidad en condiciones ambientales
- Alta capacidad teórica (274 mAh/g)

Sin embargo, su capacidad práctica se sitúa alrededor de 140 mAh/g, lo que representa solo el 51% de su potencial teórico. Otras desventajas significativas incluyen:

- Elevado costo debido al uso de cobalto
- Toxicidad ambiental asociada a este metal
- Limitaciones en aplicaciones de alta potencia

LiFePO₄: Alternativa prometedora

En contraste, el fosfato de hierro y litio ha ganado relevancia en los últimos años por sus características distintivas:

- Menor impacto ambiental.
- Reducido costo de producción.
- Excepcional estabilidad térmica (funcionamiento entre -20°C y 70°C).
- Vida útil extendida.

No obstante, presenta ciertas limitaciones técnicas:

- Baja conductividad electrónica e iónica intrínseca.
- Difusión limitada de iones litio (canales unidimensionales).
- Densidad energética inferior comparada con LiCoO₂.

Comparativa de Materiales

La Tabla 1 presenta un análisis detallado de los materiales catódicos más utilizados, incluyendo:

- Tipo de compuesto en el cátodo.
- Aplicaciones típicas para cada compuesto.
- Ventajas operativas específicas.

Tabla 1 Principales Aplicaciones y características de los principales tipos de cátodos.

Tipo de cátodo	Aplicaciones	Características
Óxido de Cobalto Litio (LCO)	Teléfonos móviles, laptops, cámaras	Ventajas: -Alta energía específica y rendimiento Desventajas: -Baja resistencia y estabilidad en altas temperaturas -Precios de cobalto fluctuantes -Impactos ambientales negativos si la batería no es reciclada adecuadamente
Oxido de Manganeso Litio (LMO)	Dispositivos médicos, herramientas de trabajo	Ventajas: -Alto rendimiento y resistencia al calor Desventajas: -Deficiente en ciclos de carga-descarga
Oxido de Níquel Manganeso Cobalto Litio (NMC)	Bicicletas eléctricas, equipos médicos, vehículos eléctricos	Ventajas: -Alta capacidad energética -Procesos continuos de carga-descarga -Bajo costo Desventajas:

		-Seguridad
Fosfato de Hierro Litio (LFP)	Herramientas portátiles, vehículos eléctricos	Ventajas: -Estabilidad térmica y baja probabilidad de sobrecarga Desventajas: -Menor densidad energética -Alto costo en relación con la potencia
Oxido de Níquel Cobalto Aluminio Litio (NCA)	Equipos médicos, industriales, vehículos eléctricos	Ventajas: -Alta densidad energética -Alta resistencia térmica Desventajas: -Mayor costo de producción

Principios de operación y características de las baterías de iones de litio

Las baterías de iones de litio operan mediante reacciones electroquímicas de oxidación-reducción (redox), donde se produce un intercambio electrónico entre los electrodos que permite la conversión y almacenamiento de energía química en energía eléctrica. Este proceso fundamental implica la oxidación controlada de los materiales activos en los electrodos [14].

Mecanismo Básico de Operación

Como se ilustra en la Figura 3, estos dispositivos almacenan y liberan energía mediante:

- Flujo electrónico externo: Los electrones circulan desde el ánodo (electrodo negativo) hacia el cátodo (electrodo positivo) durante la descarga
- Movimiento iónico interno: Los iones Li^+ se desplazan a través del electrolito para mantener el balance de carga
- Reversibilidad del proceso: Durante la recarga, se aplica energía externa para revertir las reacciones y restaurar el estado inicial de los electrodos

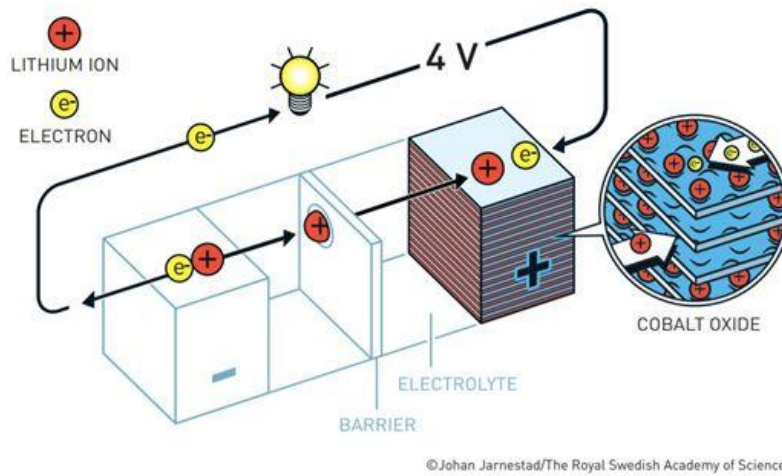


Figura 3 Flujo de electrones en una batería Ion-Li.

Características Clave

- Almacenamiento eficiente: Conversión directa entre energía química y eléctrica
- Ciclicidad: Capacidad de repetir numerosos ciclos de carga/descarga
- Autodescarga mínima: Pérdida gradual de carga reducida en comparación con otras tecnologías
- Densidad energética superior: Mayor capacidad de almacenamiento por unidad de peso/volumen

El proceso completo implica:

- Descarga: Oxidación en el ánodo y reducción en el cátodo
- Carga: Aplicación de potencial externo para invertir las reacciones
- Equilibrio electroquímico: Mantenido por el movimiento coordinado de electrones (circuito externo) e iones (electrolito)

2.2. Proceso hidrometalúrgico

Hidrometalurgia

Las técnicas hidrometalúrgicas aprovechan la solubilidad en medios ácidos o básicos de los componentes presentes en los materiales activos (tanto orgánicos como inorgánicos) para facilitar su recuperación mediante disolución selectiva [15].

En este tipo de procesos, se emplea la lixiviación química como etapa principal para tratar los materiales. Esta técnica se aplica específicamente a los electrodos activos, permitiendo la extracción de metales como litio, cobalto, níquel y manganeso en forma de soluciones acuosas. Los metales de transición, en particular, pueden ser extraídos eficientemente utilizando agentes ácidos.

El procedimiento hidrometalúrgico consta de una fase inicial de lixiviación (ya sea ácida o alcalina) dirigida a los metales contenidos en los componentes del cátodo y ánodo de las baterías, lo que resulta en su disolución controlada. Posteriormente, los metales objetivo se recuperan mediante técnicas como precipitación (ajustando el pH de la solución), electrólisis o el uso de reactivos específicos. Para optimizar el proceso, a menudo se requieren etapas de pretratamiento, como molienda o trituración, que incrementan la accesibilidad de los metales y mejoran la eficiencia de extracción.

Considerado uno de los métodos más eficaces para la recuperación de metales a partir de residuos de baterías, la hidrometalurgia ha demostrado especial relevancia en el reciclaje de baterías de ion-litio. Según investigaciones citadas por Chinyama [16], este enfoque presenta ventajas significativas frente a otros métodos, entre las que destacan:

- Alta eficiencia en la recuperación de metales con niveles de pureza elevados.
- Bajo consumo energético en comparación con procesos alternativos.
- Minimización de emisiones gaseosas contaminantes.

- Capacidad para recuperar litio, a diferencia de los tratamientos pirometalúrgicos.

No obstante, el proceso genera efluentes líquidos que requieren un manejo ambientalmente responsable, incluyendo tratamientos adecuados para evitar impactos ecológicos.

Lixiviación

El tratamiento hidrometalúrgico inicia con la lixiviación, un proceso en el que un solvente líquido disuelve y extrae componentes metálicos solubles a partir de un material sólido, como los electrodos de las baterías. Este método no solo permite la transferencia de metales a una fase acuosa, sino que también puede ser selectivo, favoreciendo la extracción de elementos específicos según las condiciones aplicadas.

Entre los agentes lixiviantes más empleados destaca el ácido sulfúrico (H_2SO_4), seleccionado por su accesibilidad, bajo costo y menor impacto ambiental en comparación con alternativas como el ácido nítrico (HNO_3) o el clorhídrico (HCl). No obstante, el uso de estos últimos genera subproductos contaminantes y complica las etapas posteriores de purificación y separación debido a la formación de compuestos secundarios no deseados.

La eficiencia de la lixiviación depende de múltiples factores, incluyendo:

- Tipo de solvente (medio ácido o básico).
- Condiciones operativas, como temperatura y tiempo de reacción.
- Adición de agentes reductores (en lixiviación ácida), que facilitan la disolución de iones metálicos al modificar su estado de oxidación.

Estos parámetros deben optimizarse para maximizar la recuperación de metales y minimizar la generación de residuos.

Recuperación de metales

El proceso posterior a la lixiviación es la recuperación de los metales valiosos que se encuentran en la solución, en este proceso se suelen emplear distintas técnicas, principalmente cuatro: extracción por solvente, precipitación selectiva, método electroquímico y resinas de intercambio iónico.

Tras la etapa de lixiviación, el siguiente paso consiste en recuperar los metales de valor disueltos en la solución acuosa. Para ello, se emplean diversas técnicas, entre las cuales se encuentran:

- Extracción por solvente:
 - Utiliza compuestos orgánicos para separar y concentrar metales específicos de la solución.
 - Ideal para sistemas con múltiples iones metálicos debido a su alta selectividad.
- Precipitación selectiva:
 - Basada en ajustes de pH o adición de reactivos químicos para inducir la formación de compuestos insolubles.
 - Permite la recuperación individualizada de metales como cobalto, níquel o litio.
- Métodos electroquímicos:
 - Aprovecha corriente eléctrica para reducir iones metálicos y depositarlos en forma pura sobre electrodos.
 - Destaca por su capacidad de obtener metales con alta pureza sin requerir reactivos adicionales.
- Resinas de intercambio iónico:
 - Emplea polímeros que capturan selectivamente iones metálicos de la solución.
 - Ventajoso en tratamientos de soluciones diluidas o con baja concentración de metales.

Rendimiento químico

El rendimiento químico es la cantidad de producto obtenido en una reacción a partir de los reactivos, se usa para conocer la eficiencia de la reacción y es expresado en porcentaje.

El rendimiento teórico es la cantidad de producto que se debería obtener a partir de los reactivos si las condiciones de reacción fueran constantes, la recuperación de productos se diera al 100% y no existieran reacciones secundarias que intervengan.

El rendimiento real o experimental es la cantidad real de producto obtenido de la reacción en el proceso práctico [17].

El porcentaje de rendimiento se define como la relación entre el rendimiento real y el rendimiento teórico, calculado por la siguiente fórmula:

$$\text{Porcentaje de rendimiento} = (\text{Rendimiento real}) / (\text{Rendimiento teórico}) * 100 \quad (6)$$

2.3. Conceptos referentes al tratamiento de aguas

Aguas residuales

Según la NOM-001-SEMARNAT-1996 [18] se definen como las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, de servicios, agrícolas, pecuarios, domésticos, incluyendo fraccionamientos y en general de cualquier otro uso, así como la mezcla de ellas.

La LGEEPA define las aguas residuales como las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos público urbano, doméstico, industrial, comercial, de servicios, agrícola, pecuario, de las plantas de tratamiento y en general, de cualquier uso, así como la mezcla de ellas.

Normas Oficiales Mexicanas

Aquellas expedidas por la SEMARNAT, en los términos de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización referidas a la conservación, seguridad y calidad en la explotación, uso, aprovechamiento y administración de las aguas nacionales y de los bienes nacionales a los que se refiere el Artículo 113 de la Ley de Aguas Nacionales.

Descarga

La acción de verter, infiltrar, depositar o inyectar aguas residuales a un cuerpo receptor.

Permisos de Descarga

Título que otorga el Ejecutivo Federal a través de la CONAGUA o del Organismo de Cuenca que corresponda, conforme a sus respectivas competencias, para la descarga de aguas residuales a cuerpos receptores de propiedad nacional, a las personas físicas o morales de carácter público y privado.

Gestión del Agua

Proceso sustentado en el conjunto de principios, políticas, actos, recursos, instrumentos, normas formales y no formales, bienes, recursos, derechos, atribuciones y responsabilidades, mediante el cual coordinadamente el Estado, los usuarios del agua y las organizaciones de la sociedad, promueven e instrumentan para lograr el desarrollo sustentable en beneficio de los seres humanos y su medio social, económico y ambiental, (1) el control y manejo del agua y las cuencas hidrológicas, incluyendo los acuíferos, por ende su distribución y administración, (2) la regulación de la explotación, uso o aprovechamiento del agua, y (3) la preservación y sustentabilidad de los recursos hídricos en cantidad y calidad.

Gestión Integrada de los Recursos Hídricos

Proceso que promueve la gestión y desarrollo coordinado del agua, la tierra, los recursos relacionados con éstos y el ambiente, con el fin de maximizar el bienestar social y económico equitativamente sin comprometer la sustentabilidad de los ecosistemas vitales.

Carga contaminante

Cantidad de un contaminante expresada en unidades de masa por unidad de tiempo, aportada en una descarga de aguas residuales. (NOM-001-SEMARNAT-1996).

Límite permisible

Concentración o contenido máximo o intervalo de valores de un componente, que garantiza que el agua será agradable a los sentidos y no causará efectos nocivos a la salud del consumidor, según la NOM-127-SSA1-1994 [19].

Caracterización de aguas residuales

Los contaminantes de las aguas residuales normalmente son una mezcla compleja de compuestos orgánicos e inorgánicos, por lo que no es posible obtener un análisis completo en la mayoría de las aguas residuales. Por dichas razones se han desarrollado métodos empíricos para evaluar la concentración de contaminantes, cuya aplicación no requiere de un conocimiento completo de la composición química específica de las aguas residuales a considerar [20].

Tratamiento de aguas residuales

El tratamiento de aguas residuales es un servicio que consiste en la separación de la carga orgánica que contienen las aguas residuales, eliminando al máximo la cantidad de residuos y contaminantes, cumpliendo con la Normas Oficiales Mexicanas establecidas (FONATUR, 2018).

Tratamiento primario

Se emplea para la eliminación de los sólidos en suspensión y los materiales flotantes, impuesta por los límites de descarga al medio receptor y por los límites para poder llevar el efluente a un tratamiento secundario [21].

Tratamiento secundario

Comprende tratamientos biológicos convencionales. El tratamiento secundario de aguas residuales se refiere a un conjunto de procesos y tecnologías diseñados para remover los contaminantes biodegradables presentes en las aguas residuales después del tratamiento primario [21].

Tratamiento terciario

Su objetivo fundamental es la eliminación de contaminantes que no son removidos en los tratamientos secundarios [21].

La tabla 2 contiene los tratamientos de agua residual convencionales según su clasificación.

Tabla 2. Tipos de tratamientos de aguas residuales según su clasificación.

Tratamiento primario	Tratamiento secundario	Tratamiento terciario
• Cribado o desbrozo • Sedimentación • Flotación • Separación de aceites • Homogeneización • Neutralización	• Lodos activados • Aireación • Filtros biológicos • Tratamientos anaerobios	• Micro tamizado • Filtración • Precipitación y coagulación • Adsorción • Intercambio iónico • Osmosis inversa • Electrodialisis • Cloración y ozonización • Reducción de nutrientes

Fuente: Sette, R. [21]

Principales contaminantes en el agua residual de la extracción por hidrometalurgia

Ácido sulfúrico

El ácido sulfúrico reacciona con el agua generando calor. Ataca a los metales, desprendiendo hidrógeno (gas inflamable entre 4 y 75% en volumen en aire). Cuando se calienta, emite gases irritantes de óxido de azufre. Puede reaccionar con agua o vapor produciendo humos tóxicos y corrosivos. Reacciona con carbonatos generando dióxido de carbono.

Movilidad en el suelo del ácido sulfúrico

Producto muy soluble en agua. Puede penetrar en el suelo hasta alcanzar acuíferos. El ácido sulfúrico es un ácido mineral fuerte que se disocia rápidamente en agua para dar iones hidrógeno y sulfato (a valores de pH medioambientalmente relevantes) y es totalmente miscible con el agua [22].

Sulfatos

Los sulfatos son sales formadas por ácido sulfúrico y se encuentran en casi todas las aguas que son naturales. La Unión Europea recomienda que el consumo humano no sobrepase los 250mg/L, de ser así el agua bebida podría presentar un sabor muy amargo y causar un efecto laxante en la persona que la ingiere.

Ácido clorhídrico

El ácido clorhídrico es una disolución acuosa de cloruro de hidrógeno. El nombre de ácido muriático, con el que también se le conoce, le fue dado por Lavoisier, basado en el hecho de que “muriato” indicaba la presencia de cloro en los compuestos inorgánicos. Es un líquido de color amarillo (por presencia de trazas de fierro, cloro o materia orgánica) o incoloro con un olor penetrante.

Está presente en el sistema digestivo de muchos mamíferos y una deficiencia de éste, provoca problemas en la digestión, especialmente, de carbohidratos y proteínas; un exceso provoca úlceras gástricas.

La disolución acuosa grado reactivo contiene aproximadamente 38 % de HCl. Es utilizado en la refinación de minerales, en la extracción de estaño y tántalo, para limpiar metales, como reactivo químico, en la hidrólisis de almidón y proteínas para obtener otros productos alimenticios y como catalizador y disolvente en síntesis orgánica.

Sus vapores son irritantes a los ojos y membranas mucosas. Es soluble en agua, desprendiéndose calor. Es corrosivo de metales y tejidos. Para su obtención se tienen diferentes procesos industriales, entre los cuales se encuentran: la reacción entre cloruro de sodio o potasio con ácido sulfúrico; la reacción de bisulfuro de sodio con cloruro de sodio, conocido como proceso Meyer; el proceso Hargreaves, en el cual se usa óxido de azufre, sal y vapor [23].

Cloruros

Los cloruros inorgánicos contienen el anión Cl^{-1} y por lo tanto son sales del ácido clorhídrico (HCl). Se suele tratar de sustancias sólidas incoloras con elevado punto de fusión.

En la naturaleza existen pocos cloruros orgánicos. Por lo tanto, los cloruros orgánicos suelen tener mala biodegradabilidad y permanecer durante años en el medio ambiente. Debido a su carácter hidrofóbico se acumulan en las grasas, especialmente en los últimos eslabones de la cadena alimenticia y pueden provocar allí problemas de salud.

2.4 Corpus de datos y algoritmos de predicción

Un corpus de datos es una colección de texto o audio organizado en conjuntos de datos puede estar compuesto por todo tipo de información, desde periódicos, novelas, recetas, emisiones de radio, entre otros, dependiendo del tipo de información que recopile y pueden utilizarse para entrenar sistemas de inteligencia artificial, agentes artificiales o algoritmos de aprendizaje supervisado [24].

Entre las características que debe tener un corpus de datos para garantizar que sea bueno se encuentran:

- Gran tamaño: cuanto más grandes sean los conjuntos de datos, mejor será el entrenamiento de los algoritmos diseñados para su análisis.
- Alta calidad: debido al gran volumen de datos requerido para un corpus los datos deben ser libres de errores, ya que un pequeño error en ellos puede significar errores a gran escala en los resultados del aprendizaje automático.
- Datos limpios: la limpieza de datos es fundamental para crear y mantener un corpus de buena calidad. En esta etapa se debe buscar la eliminación de datos no concordantes con el resto y la duplicidad de valores.
- Equilibrio: se debe buscar optimizar y elegir bien la estructura en el proceso de recopilación, de lo contrario esto podría crear sesgos y desequilibrar la relevancia del conjunto de datos.

El aprendizaje supervisado es una técnica de machine learning que utiliza conjuntos de datos con entradas y salidas para entrenar modelos de inteligencia artificial. Los modelos entrenados permiten predecir las salidas correctas basadas en nuevas entradas no etiquetadas. Los datos etiquetados son ejemplos de salidas con las respuestas correctas y a medida que los datos de entrada se introducen el algoritmo reajusta sus ponderaciones hasta enseñar al explícitamente al modelo a identificar las relaciones entre las características y las etiquetas de datos.

Entre los tipos de aprendizaje supervisado se encuentran las redes neuronales que manejan problemas complejos de clasificación, las regresiones que incluyen regresión lineal y regresión logística, máquina de soporte vectorial (SVM), K vecinos más cercanos (KNN) y árboles de decisión [25].

La fundamentación para la selección de los algoritmos a utilizar se basa en los siguientes aspectos clave:

- Efectividad documentada: Estas metodologías han demostrado consistentemente su robustez en tareas predictivas con conjuntos de datos análogos al que será generado en esta investigación.
- Adecuación a la estructura de datos: El corpus de información ha sido diseñado con una arquitectura que permite la clara identificación de variables independientes y dependientes, facilitando así los procesos de entrenamiento y validación de modelos supervisados.
- Control de complejidad computacional: Los enfoques no supervisados, pese a su potencial teórico, introducirían elementos de incertidumbre interpretativa y requerirían protocolos adicionales de validación que trascienden los objetivos establecidos para este proyecto.

Flexibilidad y potencial expansivo del corpus de datos

Uno de los aspectos más innovadores de este trabajo reside en la concepción del corpus de datos, el cual ha sido estructurado con las siguientes capacidades distintivas:

- Imputación de datos incompletos: La arquitectura del modelo permite la estimación confiable de valores ausentes dentro de la matriz de datos, proporcionando así soluciones elegantes al problema común de información fragmentaria.
- Polivalencia en la selección de variables objetivo: Cualquier atributo contenido en el corpus puede ser designado como variable de salida, característica que ofrece una notable versatilidad para abordar diversas cuestiones de investigación sin necesidad de modificaciones estructurales en la base de datos.
- Escalabilidad conceptual: El marco metodológico desarrollado establece los fundamentos para la creación de corpus análogos en otros dominios de investigación, permitiendo la transferencia de los principios organizativos y analíticos a nuevos contextos científicos.

3 Estado del Arte

En la búsqueda constante de soluciones sostenibles y eficientes en la industria del litio y las baterías, la extracción de litio de baterías de desecho mediante hidrometalurgia se ha destacado en el área de investigación. La extracción de litio por este método ha surgido como una respuesta prometedora a la creciente demanda de este metal.

A medida que las fuentes tradicionales de litio se vuelven más escasas y se toma consciencia de los desafíos ambientales que representan la extracción minera, la hidrometalurgia se presenta como una alternativa que involucra el uso de agentes lixiviantes para recuperar el litio contenido en las baterías desechadas, así como otros metales de interés. Esta técnica ha demostrado notables avances en términos de eficiencia y reducción de impacto ambiental, lo que la ha convertido en un área de interés y estudio.

El tratamiento de las aguas residuales generadas por el proceso hidrometalúrgico es un tema que se ha dejado de lado, sin embargo, es una importante preocupación para garantizar la viabilidad a largo plazo de esta técnica de extracción. Al extraer litio de las baterías usadas, se generan subproductos químicos que deben ser gestionados de manera responsable para evitar contaminación del entorno y así cumplir con el propósito de reciclaje de baterías. Las investigaciones en esta área se centran en el estudio de métodos eficientes de tratamiento para minimizar los impactos ambientales en el recurso hídrico.

Esta sección explora la evolución en los avances más recientes de estas tres áreas. El objetivo es comprender cómo la extracción hidrometalúrgica de litio en baterías y la caracterización

y tratamiento de las aguas residuales del proceso están asociados para moldear el panorama de la industria del litio y contribuyendo al enfoque de la reducción de los impactos ambientales.

3.1. Avances en la extracción de litio en baterías de desecho por hidrometalurgia

Extracción de litio de baterías usadas por hidrometalurgia

El proceso de recuperación de litio por hidrometalurgia se realiza durante la etapa de lixiviación de los metales presentes en el cátodo de las baterías. En la tabla 3 se resume las reacciones químicas involucradas en este proceso al emplear distintos agentes lixiviantes de tipo ácido.

Tabla 3 Reacciones de extracción de Litio en LIBs con distintos agentes lixiviantes.

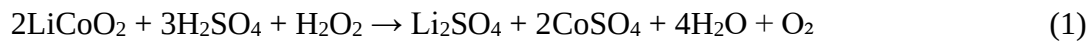
Autor	Lixiviente	Muestra	Catalizador	Ajuste pH	Producto		
					Producto Li	Otros productos	Subproducto
Salazar, 2022	H ₂ SO ₄	LiCoO ₂	H ₂ O ₂	-	Li ₂ SO ₄	CoSO ₄	H ₂ O + O ₂
Salazar, 2022	HCl	LiCoO ₂	H ₂ O ₂	-	LiCl ₂	CoCl ₂	H ₂ O + O ₂
Salazar, 2022	HNO ₃	LiCoO ₂	H ₂ O ₂	-	LiNO ₃	Co(NO ₃) ₂	H ₂ O + O ₂
He, 2017	H ₂ SO ₄	LiMnO ₂	H ₂ O ₂	-	Li ₂ SO ₄	MnSO ₄	H ₂ O + O ₂
Nayl, 2014	H ₂ SO ₄	Solución de Co, Mn, Li, Ni	H ₂ O ₂	NaOH	Li ₂ CO ₃	MnCO ₃ , NiCO ₃ , Co(OH) ₂	H ₂ O + O ₂
Salazar, 2022	6C ₆ H ₈ O ₇	LiCoO ₂	H ₂ O ₂	-	Li	2Co ₂ + 6C ₆ H ₇ O ₇	H ₂ O + O ₂
Salazar, 2022	C ₄ H ₆ O ₅	LiCoO ₂	H ₂ O ₂	-	Li	2Co ₂ + 3C ₄ O ₄ O ₅	H ₂ O + O ₂

Fuente: elaborado por el autor.

Lixiviación con ácidos inorgánicos y orgánicos

Ácido sulfúrico

El H_2SO_4 es el agente lixivante más empleado en estudios de recuperación de metales de baterías de iones de litio (LIB), generalmente combinado con H_2O_2 como catalizador. Según Wang et al [26], las reacciones de lixiviación del LiCoO_2 con H_2SO_4 y H_2O_2 son las siguientes [27]:



En este proceso, el H_2O_2 actúa como agente reductor, transformando el Co^{3+} en Co^{2+} , el cual presenta mayor solubilidad en medios ácidos Tshipeng [28]. Esta reducción facilita la degradación de la capa de óxido de cobalto, liberando los iones de litio (Li^+) de la estructura del LiCoO_2 y permitiendo su disolución en la fase líquida.

Ácido clorhídrico

De manera similar a la lixiviación con ácido sulfúrico, el LiCoO_2 reacciona con HCl en presencia de H_2O_2 , según Takacova et al. [29], mediante la siguiente ecuación:



La tabla 4 representa la comparativa en la extracción de litio respecto al H_2SO_4 y HCl como lixiviantes.

Ácido nítrico

Al igual que con H_2SO_4 y HCl , la lixiviación de LiCoO_2 con HNO_3 y H_2O_2 sigue un mecanismo análogo, representado por la reacción:



Ácidos orgánicos

Como alternativa más sostenible a los ácidos minerales, se han investigado diversos ácidos orgánicos. Park et al. [27] demostraron que el ácido cítrico y el ácido málico permiten altos rendimientos de extracción en el tratamiento de LIBs. Las reacciones correspondientes son:



Li et al. [30] evaluaron la lixiviación de LiCoO_2 con ácido cítrico y ácido ascórbico, obteniendo rendimientos superiores al 80% para ambos metales. Las condiciones óptimas incluyeron:

- 1.25 M de ácido cítrico
- 1% en volumen de H_2O_2
- Densidad de pulpa: 20 g/L
- Tiempo de lixiviación: 30 min

No obstante, al incrementar la densidad de pulpa manteniendo las mismas condiciones, los rendimientos disminuyeron aproximadamente un 60%.

Tabla 4 Porcentajes de extracción de Litio en LIBs con HCl y H_2SO_4 como agentes lixiviantes.

Ácido	Materiales	Eficiencia de lixiviación (% Li)
HCl	LIBs gastadas	100
	LIBs gastadas (LiCoO_2)	93.1
	LiFePO_4 y LiMn_2O_4	74.1
	LIBs gastadas	89
	LIBs gastadas (Celulares y computadores)	≈ 100
	LIBs gastadas	99.9
	Desechos industriales de LIBs	94
H_2SO_4	Componentes con LiNi_xMn y Co_2O	-
	LIBs gastadas	96.7
	LIBs provenientes de portátiles	99.1
	LIBs gastadas (celulares)	98.8

	LIBs gastadas (automotriz)	98.6
	LIBs gastadas (automotriz)	95
	LIBs gastadas	93.4
H ₂ SO ₄	LIBs gastadas	99.7
	Desechos industriales con LIBs	95.7

Fuente: Guevara, A.; Vargas, S.

Análisis del proceso hidrometalúrgico para reciclaje de baterías y su caracterización

Como parte del proceso de análisis para determinar los atributos que serán incluidos en el corpus de datos, se llevó a cabo una exhaustiva revisión del estado actual del proceso de reciclaje de baterías de litio utilizando la técnica de hidrometalurgia.

Además de explorar el estado actual del arte en cuanto al reciclaje de baterías de litio por hidrometalurgia, se realizó una revisión detallada de investigaciones dedicadas a la caracterización de baterías ion-Li. Esto es fundamental para comprender mejor las propiedades físicas, químicas y estructurales de las baterías de litio, lo que a su vez ayuda a identificar posibles relaciones entre estas características y el proceso hidrometalúrgico requerido para su eficiente reciclaje.

El análisis de estas investigaciones proporcionó una visión integral de los diversos factores que influyen en el proceso de reciclaje de baterías de litio, desde la composición de las baterías hasta las condiciones óptimas de tratamiento hidrometalúrgico.

Este análisis ayuda a sentar las bases para la selección de atributos pertinentes que alimentarán el corpus de datos usado en la predicción.

Parámetros y variables del proceso de reciclaje de LIBs por hidrometalurgia

En este apartado se da un resumen de un análisis más profundo de varios trabajos que abordan el proceso de lixiviación utilizando ácido clorhídrico y sulfúrico como agentes lixiviantes, así como los diferentes parámetros que influyen en este proceso.

Uno de los aspectos evaluados en los estudios revisados fue el tipo de pretratamiento aplicado a las baterías antes de la lixiviación. Este pretratamiento puede implicar el desmantelamiento de las baterías para acceder a los materiales internos y la descarga completa de la energía residual. Estas etapas, en especial la descarga de baterías, son importantes para evitar accidentes como explosiones, ignición de los materiales o liberación de gases tóxicos.

Además, se examinaron detalladamente los agentes lixiviantes utilizados en el proceso, así como la concentración molar de los mismos. Tanto el ácido clorhídrico como el sulfúrico han demostrado ser efectivos para disolver el litio de las baterías de desecho, y la concentración óptima de estos agentes varía según las condiciones específicas de cada estudio.

Otro aspecto analizado fue la influencia de diferentes variables de reacción, como el tiempo y la temperatura de reacción. Asimismo, se evaluaron factores como la proporción de la disolución de la muestra, la velocidad de agitación y la presencia de catalizadores. Estos elementos pueden influir en la velocidad y la completitud de la lixiviación, así como en la calidad de los productos finales. Estos parámetros son determinantes para la cinética de la lixiviación y pueden afectar significativamente la eficiencia del proceso y la calidad de los productos obtenidos.

En última instancia, se examinó el porcentaje final de extracción de litio alcanzado en cada estudio, lo que proporciona una medida crucial de la eficacia del proceso de lixiviación. Este parámetro es fundamental para evaluar la viabilidad en la recuperación de litio a partir de baterías de desecho y puede variar considerablemente según las condiciones de operación y los métodos empleados.

Tabla 5 Resumen de procesos hidrometalúrgicos, se incluye la etapa de pretratamiento y los parámetros más relevantes durante la lixiviación.

Referencia	Pretratamiento		Lixiviante	Concentración	Catalizador	Concentración	Agitación (rpm)	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Proporción (g/mL)	% Extracción Li
[31]	Desmantelado	Nitrógeno líquido	H ₂ SO ₄	1 M	H ₂ O ₂	4% v/v	420	20-80	60	1/10 - 1/50	10-20
[32]	Desmantelado	Nitrógeno líquido	HCl	4 M	-	-	-	80	60	1/10	-
[33]	Desmantelado	Secado	H ₂ SO ₄	4-8 %v/v	H ₂ O ₂	0,2-4% v/v	Si	50-80	60	1/30 - 1/50	5+-6 wt%
[34]	Desmantelado	Raspado	HCl	12 M	-	2 M	Si	100	240	-	100
					H ₂ SO ₃	6 M					95
					NH ₂ OH-HCl	-					97
[35]	Trituración	Tamizado	H ₂ SO ₄	2 M	H ₂ O ₂	15% vol	300	75	10-60	50 g/L	100
[36]	Desmantelado	-	H ₂ SO ₄	4 M	-	-	-	90	240	1:5 S/L	98
				3 M	-	-	-	70	360	1:5 S/L	98
[37]	Fusión con KHSO ₄	-	H ₂ SO ₄	-	-	-	-	-	60-80	-	99 wt%
	Calcinación			9 mol	H ₂ O ₂	-	-	90-100			35 wt%
[6]	-	-	H ₂ SO ₄	2 M	H ₂ O ₂	5% vol	-	75	30	100 g/L	94
	Descarga	Desmantelado	HCl	5 mol/L	-	-	-	-	-	-	-

Fuente: elaborado por el autor.

Análisis de caracterización de LIBs

Se llevó a cabo una revisión de estudios relacionados con la caracterización de baterías de ion de litio (LIBs) con objetivo principal de comprender cómo las distintas características de estas baterías podrían influir en su proceso de reciclaje. Además, se buscó identificar atributos específicos que podrían ser incluidos en el corpus de datos a desarrollar.

Durante este análisis, se examinaron una variedad de trabajos de investigación que abordaban la caracterización de LIBs desde diferentes perspectivas. Se consideraron aspectos como la composición química de los materiales utilizados en las baterías, las propiedades físicas y eléctricas, así como también el rendimiento y la vida útil de las baterías.

La recopilación de esta información proporcionó una visión más amplia y detallada sobre las posibles variables que podrían afectar el proceso de reciclaje de las baterías de ion de litio. Además, permitió identificar ciertos atributos que pueden ser importantes en la construcción del corpus de datos, asegurando así que abarque una gama completa de características relevantes para el análisis del reciclaje de LIBs y la caracterización del agua residual del proceso.

Tabla 6 Análisis de características de baterías ion-Li presentadas por diversos autores.

		LiCoO ₂	Li/MnO ₂	Ion-Li	Ni-Cd	Ni-MH	Ion-Li	Ion-Li	LiNiCoO ₂	LiNiCoO ₂	LiFePO ₄	LiPo	Pb-ácido	LCO	LMO	LFP	NMC
Voltaje (V)		3,75	4 (13,3%)		1,25	1,25	3,6		3,65	3,6	3,3	3,7	2	3,9	3,7	3,4	4,2
			1 (3,3%)														
			1 (3,3%)														
			2 (6,7%)														
			22 (73,4%)														
% Masa	Hierro				0,01												
	Tamizado				0,04	0,041	3,2										
					0,05	0,062	2,7										
Conc. lixiviado	Hierro				68												
	Tamizado				210	120	390										
					260	170	1100										
Conc. SO ₄ ⁻²	Hierro				150												
	Tamizado				1400	1400	1600										
					1300	1600	1100										

		LiCoO ₂	Li/MnO ₂	Ion-Li	Ni-Cd	Ni-MH	Ion-Li	Ion-Li	LiNiCoO ₂	LiNiCoO ₂	LiFePO ₄	LiPo	Pb-ácido	LCO	LMO	LFP	NMC
% Masa	Material magnético	27,5	70.0 ± 0.9	39.1 ± 1.1				<0.01									
	Tamizado							1,1									
								0,3									
								1,3									
								2,7									
mg/L en lixiviado							4870										
Forma		Prisma							Prisma	Cilindro	Cilindro	Prisma					
Masa		0,103							0,094	0,048	0,076	0,126					
Capacidad (Ah)		4,8							5,3	2,9	2,5	6,3					
Energía (Wh)		18							19,3	11,16	8,25	23,31	30-50				
E. específica (Wh/kg)		175			45-80	60-120	110-160		207	225	108	185		155	100-200	160	200
Densidad energ. (Wh/l)		423							490	620	242	402					
Temperatura °C		50-60			40-60	20-60	20-60		40-70	20-60	30-55	20-60	20-60				
Vida cíclica					1500	300-500	500-1000						200-300	500	500-1000	1000-2000	1000-2000
Referencia		[38]	[39]	[40]			[41]	[42]					[43]				
		[42]		[43]													

Fuente: elaborado por el autor.

Variables óptimas en el proceso de lixiviación

Diversos trabajos de investigación fueron analizados con el propósito de identificar los posibles valores a tomar de las variables de interés en el proceso. Jung [44] presenta pruebas de lixiviación de cátodo usando concentración 2 M de H_2SO_4 , con 5 vol.% de H_2O_2 añadido como catalizador, con una proporción de 50 g/L a 80 °C y tiempo de reacción variando entre 60 a 90 minutos resultando en eficiencias de extracción de litio mayores al 90%.

Chen [45] también presenta concentración 2 M de H_2SO_4 , temperatura y tiempo iguales al experimento anterior, variando en este caso la concentración de H_2O_2 al 2 vol.% y una relación sólido-líquido de 20 g/L.

Vieceli [46] expone un punto diferente, 80% de eficiencia de extracción fue confirmada a los 10 minutos de reacción, afirmando que con la concentración adecuada de ácido la eficiencia aumenta entre 90% hasta 100% requiriendo extender el proceso máximo 60 minutos sin uso de catalizador.

Fan [47] realizó pruebas con H_2SO_4 entre 2 a 18.4 M. Con el ácido concentrado la eficiencia de litio subió al 100%, sin embargo, la extracción de demás metales valiosos presentes en el cátodo tuvo un decremento significativo bajo estas condiciones. Con la regulación de la molaridad del ácido, temperatura a 80 °C y proporción entre 15 a 800 g/L, la extracción fue satisfactoria a los 30 minutos sin reportar mayor beneficio al extender el proceso por más de 60 minutos.

Por otro lado, D. Chen [48] encontró sus condiciones óptimas con 1.5 M de H_2SO_4 , sin uso de catalizador y proporción de 15 g/L a 60 °C por 60 minutos con una eficiencia de recuperación de litio del 99%.

Según el estudio de Shin [35], los experimentos fueron realizados a 75°C incorporando agitación a 300 rpm como un factor adicional. La concentración utilizada en sus ensayos fue de 2 M para H_2SO_4 , mientras que variaron la concentración de H_2O_2 entre 0 y 25 vol.%. Las

muestras empleadas no superaron la proporción de 50 g/L, ya que se determinó que una proporción mayor interfería negativamente con los porcentajes de litio final. Bajo estas condiciones, se logró una extracción de litio del 99% a partir de los 15 a 30 minutos de reacción. Transcurrido este tiempo, el litio lixiviado no se vio afectado y se mantuvo constante.

En contraste, las experimentaciones de Contestabile [32] y Zhang [34] fueron llevadas a cabo con HCl a 4 y 12 M respectivamente, sin embargo, ambos recomiendan en común con los estudios anteriores fijar la temperatura a 80 °C para mejorar los resultados

3.2. Avances en el tratamiento de aguas residuales

Adsorción de sulfato de cobre usando cáscaras de huevo para purificar agua potable [49]

Las reacciones de lixiviación de los metales en LIBs con agentes lixiviantes ácidos (HCl y H₂SO₄) tienen como consecuencia la contaminación del agua usada en el proceso con cloruros y compuestos sulfatados. En esta sección se abordarán las diferentes técnicas de remoción de dichos contaminantes aplicados en diversos ámbitos de la industria, las cuales representan una aportación en la potabilización de agua con cargas contaminantes de cloruros y sulfatos.

Revelo et al [49], plantean el usar la cáscara de huevo por contener hasta un 94% de carbonato de calcio (CaCO₃), compuesto que tiene propiedades de adsorción y se ha utilizado en diversas aplicaciones industriales y químicas. Enfocan este método a la eliminación de altos niveles de sulfatos y otros compuestos azufrados en agua volcánica asociados con enfermedades gastrointestinales y úlceras estomacales.

Los métodos de filtración convencionales tienen limitaciones en términos de flujo y capacidad de retención de compuestos específicos. Por lo tanto, plantean la generación y

evaluación de un filtro a base de cáscaras de huevo fácilmente reemplazable, lo que lo haría más eficiente y sostenible para la purificación de sulfatos en agua potable.

Debido a que existen gran variedad de compuestos azufrados en la naturaleza, el estudio toma en cuenta el sulfato de cobre (CuSO_4). Para cuantificar la variación del contenido de moléculas azufradas, se tomaron muestras de 20 mL de forma continua. El objetivo era determinar la velocidad de adsorción y la máxima capacidad de adsorción del filtro. Se utilizó un sistema de análisis indirecto por espectrofotometría y se realizó una calibración con estándares de concentración conocida.

El estudio demostró que las cáscaras de huevo tratadas y reducidas en tamaño de partícula fueron efectivas para la adsorción de sulfato de cobre, mediante la construcción de filtros lineales utilizando partículas de 200 micrómetros de diámetro. Siguiendo estas condiciones se demostró una alta capacidad de adsorción, equivalente a purificar 804 litros de agua hasta la saturación del filtro y se recomendó utilizar este modelo de filtro para un volumen de agua de 402 litros (50% de saturación) para garantizar una reducción efectiva de compuestos azufrados en el flujo de agua tratada.

Remoción de sulfatos por coagulación/floculación [50]

Para lograr la remoción de sulfatos, es necesario desestabilizar el medio mediante reacciones fisicoquímicas. Esto se logra mediante la adición de un coagulante, que provoca la formación de flóculos insolubles, es decir, aglomeraciones de partículas suspendidas en el agua. La floculación, por otro lado, implica la adición de un polímero con carga iónica que facilita la aglomeración de los flóculos formados durante la coagulación. Estas partículas aglomeradas incrementan la masa del coloide y promueven la sedimentación más rápida.

En la industria, es común utilizar sales de aluminio como coagulantes, las cuales contienen alúmina y operan mejor en un rango de pH de 5 a 8. Al agregar estas sales a las aguas residuales, se forma un floculante de hidróxido de aluminio que es insoluble en un amplio rango de pH. Estos flóculos sedimentan y se separan del agua tratada, formando un lodo.

Las sales de aluminio siguen una fórmula específica $(Al_n(OH)_mCl_{3n-m})_x$ y presentan una estructura polimérica soluble en agua. Los coagulantes altamente polimerizados más comunes son el policloruro de aluminio (PACl), el cloruro de aluminio hidratado (ACH) y el policloruro de aluminio hidratado (PACH), similar en composición al ACH.

Entre ellos, el policloruro de aluminio (PAC) es ampliamente utilizado en el tratamiento de aguas residuales debido a que deja menos residuos de aluminio en el agua tratada. Funciona eficientemente a temperaturas normales y bajas para la floculación, genera menos lodo en comparación con el uso directo de alúmina y puede almacenarse de manera estable por 4-6 meses a temperaturas inferiores a 50°C. Además, es más económico que otras sales de aluminio y presenta una mayor eficiencia en la remoción de sulfatos. También se requiere una dosificación menor en comparación con la dosificación directa de alúmina.

Adsorción de sulfatos con carbón activado

La adsorción es una técnica ampliamente utilizada en el tratamiento de aguas residuales para eliminar contaminantes disueltos. Se emplean diferentes tipos de adsorbentes a nivel industrial, entre ellos el carbón activado, las zeolitas y los polímeros.

La adsorción ocurre cuando la energía de atracción entre una sustancia y la superficie del material poroso es mayor que la energía cohesiva de la sustancia. Si la adsorción se produce debido a fuerzas de Van der Waals, se conoce como adsorción física o fisisorción. Por otro lado, si la interacción se debe a enlaces químicos, se denomina quimisorción.

En el caso específico del carbón activado, es ampliamente utilizado en la industria textil para reducir la carga orgánica, los tintes y la turbidez de las aguas residuales. El carbón activado tiene una superficie altamente porosa, con áreas que oscilan entre 800 y 1400 m²/g, lo que favorece los procesos de fisisorción. Además, es ligeramente más económico y presenta una alta capacidad de remoción de los contaminantes mencionados. Dado su alto poder de adsorción, se ha investigado su eficacia en la remoción de sulfatos.

Biom mineralización con Chlorella [51]

La chlorella, definición dada por la empresa Surcoreana Green Mineral Inc., es un alga verde unicelular sin flagelos. Las células son esféricas y tienen entre 2 y 10 μm de diámetro. Sólo necesitan dióxido de carbono, agua y luz solar para hacer la fotosíntesis, como las plantas. Son muy seguras, ya que incluso se utilizan como suplemento dietético en los alimentos.

La biom mineralización es una característica interesante de la Chlorella es que puede precipitar en su entorno muchos tipos de iones metálicos, incluidos los metales pesados y el litio, y convertirlos en formas carbonatadas ($\text{Li} \rightarrow \text{Li CO}$). Un posible tratamiento del agua utilizando esta alga podría maximizar la extracción de litio incluso a partir de aguas residuales.

La función de biom mineralización del litio se examinó por primera vez en miles de subespecies diferentes de Chlorella. Esta función innata de la Chlorella se mejora aún más mediante ingeniería genética. El sistema especial de vectores y el método transgénico patentado utilizado por Green Mineral Inc. Produjeron la línea GMCM-L1 (Green Mineral Chlorella Miner for Lithium v1) de Chlorella.

Hasta el 90% del litio contenido en el mineral de litio puede ser recuperado, pero el restante 10% se desecha. De manera similar, al reciclar las pilas, se recuperan todos los metales pesados y el litio, pero queda litio residual en los desechos generados. Este exceso de litio en los residuos resultantes de ambos procesos se extrae y se convierte en carbonato de litio mediante un sistema de reciclaje específico para el litio.

La Chlorella, reconocida como un alimento funcional, tiene la capacidad única de transformar iones metálicos como el litio en carbonatos. Según Jung Kwang-Hwan (2023), “su funcionamiento se asemeja al proceso de formación de conchas en los moluscos”. Cuando el calcio ingresa a la membrana celular del marisco y reacciona con el dióxido de carbono, se convierte en carbonato cálcico, que se solidifica y se libera. De manera análoga,

la Chlorella experimenta una reacción similar con el litio, lo que resulta en biomineralización, donde las células generan minerales.

La principal ventaja de la Chlorella radica en su sostenibilidad ambiental. El método convencional de reciclaje de baterías genera aguas residuales disueltas en ácido sulfúrico y otras sustancias y carecen de una forma efectiva de reciclaje siendo generalmente descartadas. El reciclaje de las baterías resulta más costoso que su eliminación. Sin embargo, mediante el uso de Chlorella, incluso el litio puede recuperarse de las aguas residuales. Además, la Chlorella absorbe dióxido de carbono, contribuyendo a la neutralidad de carbono.

Biorremediación como alternativa para el tratamiento de metales pesados (MP) en aguas [52]

La biorremediación se puede definir como el proceso de emplear organismos vivos para cambiar contaminantes peligrosos que se encuentran en un estado reactivo en el entorno en productos residuales donde los contaminantes están inactivos [53]. La principal ventaja de usar material biológico es su eficacia en el tratamiento de soluciones diluidas de contaminantes en residuos líquidos, y su origen natural permite llevar a cabo los procesos de descontaminación sin necesidad de utilizar productos químicos o sintéticos [54]. Hay cuatro tipos de material biológico que se pueden utilizar como base para el proceso de biorremediación:

- Biomasa inerte, como lignina, exoesqueletos de organismos marinos, conchas, etc.
- Biomasa algal, que incluye micro y macroalgas.
- Biomasa vegetal.
- Biomasa microbiana, como bacterias, hongos y levaduras.

En términos de biomasa, las microalgas constituyen el grupo más extenso de productores primarios en todo el mundo. Esto las hace especialmente atractivas debido a su disponibilidad en todas las regiones del planeta y su capacidad para crecer en agua dulce y salada, en

diversas condiciones climáticas [55]. En comparación con otros tipos de biomasa, las microalgas se destacan por sus características, como una alta capacidad de adsorción de metales, facilidad de manipulación, posibilidad de reciclaje y reutilización de la biomasa, rápido crecimiento, alta eficiencia, elevada área superficial en función del volumen, alta selectividad y ausencia de generación de compuestos tóxicos. Son útiles tanto en sistemas batch como continuos [56].

Las microalgas poseen mecanismos de defensa contra los contaminantes metálicos, lo que les permite retener una variedad de sustancias contaminantes y, por lo tanto, detoxificar y remediar los medios acuosos en los que se encuentran [57]. Para llevar a cabo esta tarea, las microalgas utilizan grupos funcionales presentes en las paredes celulares, los cuales se pueden clasificar en tres tipos de ligandos según su afinidad para unirse a los contaminantes metálicos (Tabla 5) [58]:

- Tipo I: Preferencia por captar iones metálicos de clase A según la clasificación de ácido de Lewis mediante el uso de oxígeno como enlace.
- Tipo II: Capacidad de unirse a cualquier tipo de ligando, aunque con diferentes preferencias según la naturaleza del ligando.
- Tipo III: Mayor afinidad por los metales de clase B según la clasificación de ácido de Lewis.

Tabla 7 Principales clases de ligandos presentes en la pared celular de las microalgas y su afinidad a distintos tipos de clases de metales

Tipo	Clases de ligando	Ligandos	Clase de metal
I	Ligando afín a Clase A	F ⁻ , O ⁻² , OH ⁻ , H ₂ O, CO ₃ ⁻² , SO ₄ , RO ₂ SO ₃ ⁻ , NO ₃ ⁻ , HPO ₄ ⁻² , PO ₄ ⁻³ , ROH, RCOO ⁻ , C=O, ROR	Clase A: Li, Be, Na, Mg, K, Ca, Sc, Rb, Sr, Y, Cs, Ba, La, Fr, Ra, Ac, Al, Grupo de lantánidos y actínidos

II	Ligandos intermedios	Cl-, Br-, N ₃ -, NO ₂ -, SO ₃ ⁻² , NH ₃ , N ₂ , RNH ₂ , R ₂ NH, R ₃ N, =N-, -CO-N-R, O ₂ , O ₂ ⁻ , O ₂ ⁻²	Iones límite: Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Cd, In, Sn, Sb, As
III	Ligando afín a Clase B	H-, I-, R-, CN-, CO, S ⁻² , RS-, R ₂ S, R ₃ As	Clase B: Rh, Pd, Ag, Lr, Pt, Au, Hg, Tl, Pb, Bi

Fuente: Saavedra [52].

Estos mecanismos permiten a las microalgas mantener la homeostasis celular frente a los metales y prevenir el daño celular y la toxicidad de las sustancias contaminantes metálicas presentes en el entorno. Dependiendo de la dependencia metabólica del organismo, se puede hablar de procesos de biosorción o bioacumulación.

Normas técnicas mexicanas para caracterización de aguas

NMX-AA-074-SCFI-2014 [59]

Análisis de agua – medición del ion sulfato en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Esta norma mexicana es de aplicación nacional y establece el método turbidimétrico para la medición del ion sulfato en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas.

NMX-AA-073-SCFI-2001 [60]

Análisis de agua – determinación de cloruros totales en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. La determinación de cloruros por este método se basa en una valoración con nitrato de plata utilizando como indicador cromato de potasio. La plata reacciona con los cloruros para formar un precipitado de cloruro de plata de color blanco. En las inmediaciones del punto de equivalencia al agotarse el ion cloruro, empieza la precipitación del cromato. La formación de cromato de plata puede identificarse por el cambio de color de la disolución a anaranjado-rojizo, así como en la forma del precipitado. En este momento se da por terminada la valoración.

Tabla 8 Resumen y comparación de trabajos del estado del arte.

Autor	Agentes lixiviantes		Extracción de Li	Extracción de otros minerales	Porcentaje de extracción	Tipo de contaminante	Caracterización del agua residual	Diseño de corpus de datos
	HCl	H ₂ SO ₄						
Salazar, 2022	✓	-	✓	✓	-	Cloruros, MP	-	-
Barik, 2016	✓	-	✓	-	✓	Cloruros, MP	-	-
Zhang, 1998	✓	-	✓	-	✓	Cloruros, MP	-	-
Huang, 2016	✓	-	✓	-	✓	Cloruros, MP	-	-
Hossaini, 2013	✓	-	✓	-	✓	Cloruros, MP	-	-
Takacova, 2016	✓	-	✓	-	✓	Cloruros, MP	-	-
Wang, 2009	✓	-	✓	-	✓	Cloruros, MP	-	-
Gratz, 2014	-	✓	✓	✓	-	Sulfatos, MP	-	-
Salazar, 2022	-	✓	✓	✓	✓	Sulfatos, MP	-	-
He, 2017	-	✓	✓	✓	✓	Sulfatos, MP	-	-
Nayl, 2014	-	✓	✓	-	✓	Sulfatos, MP	-	-
Meshram, 2015	-	✓	✓	-	✓	Sulfatos, MP	-	-
Jha, 2013	-	✓	✓	-	✓	Sulfatos, MP	-	-
Nayl, 2014	-	✓	✓	-	✓	Sulfatos, MP	-	-
Wang, 2015	-	✓	✓	-	✓	Sulfatos, MP	-	-
Wang, 2011	-	✓	✓	-	✓	Sulfatos, MP	-	-
Wang, 2011	-	✓	✓	-	✓	Sulfatos, MP	-	-
Meshram, 2015	-	✓	✓	-	✓	Sulfatos, MP	-	-
He, 2017	-	✓	✓	-	✓	Sulfatos, MP	-	-
Peng, 2018	-	✓	✓	-	✓	Sulfatos, MP	-	-

Revelo et al., 2020	-	-	-	-	-	Sulfatos	-
Criollo, 2020	-	-	-	-	-	Sulfatos	-
Green mineral Inc.	-	-	-	-	-	Ácidos, Cloruros, Sulfatos, MP	-
Saavedra, 2020	-	-	-	-	-	MP	-
Ilbo, 2023	-	-	-	-	-	MP	-
Barreto, 2016	-	-	-	-	-	Ácidos, Cloruros, Sulfatos, MP	-
Este trabajo	-	✓	✓	-	✓	✓	✓

Fuente: elaborado por el autor.

4. Propuesta de solución

Para cumplir con el objetivo general del trabajo de investigación, se identificaron tres objetivos específicos, los cuales para ser alcanzados constaron de distintas actividades llevadas a cabo como metodología de solución. Dichas actividades son descritas a continuación:

Objetivo específico #1: Obtener datos experimentales del proceso de extracción de litio y caracterización de aguas residuales.

- I. Obtener muestras de agua residual del proceso de extracción de litio a partir de baterías usadas usando H_2SO_4 como agente lixivante.
 - a. Investigar el proceso de extracción de Li en LIBs por métodos hidrometalúrgicos.
 - b. Definir la metodología de extracción de Li por hidrometalurgia.
 - c. Extraer Li usando H_2SO_4 como agente lixivante (a nivel laboratorio) para obtener datos que alimenten el corpus de datos, así como muestras del agua residual.
- II. Caracterizar las muestras de agua residual del proceso de extracción.

- a. Investigar diferentes técnicas y normatividad mexicana de caracterización de aguas contaminadas por H_2SO_4 , sulfatos y metales pesados.
- b. Caracterizar las muestras de agua residual del proceso haciendo uso de las técnicas investigadas para obtener datos que alimenten el corpus.

Objetivo específico #2: Definir los atributos del corpus para caracterización de aguas residuales.

- III. Investigar técnicas de tratamientos de aguas residuales.
- IV. Crear el corpus de datos con los datos de extracción de Li en LIBs y caracterización de aguas residuales del proceso de hidrometalurgia.
 - a. Analizar los atributos del corpus que aportan mayor peso en su diseño para garantizar la más alta eficiencia en la predicción.

Objetivo específico #3: Usar algoritmos de predicción para comprobar la eficiencia del corpus.

- V. Investigar algoritmos de predicción existentes que puedan servir para el tema de investigación.
 - a. Investigar algoritmos de clasificación de aprendizaje supervisado (predicción) para su uso con el corpus de datos diseñado.
 - b. Comprobar la eficiencia de cada algoritmo usando el corpus de datos como información de alimentación para definir con los que se va a trabajar.
 - c. Comprobar la eficiencia del corpus para saber si los atributos seleccionados aportan la información necesaria para hacer predicciones.
 - d. Realizar los cambios pertinentes y definir el diseño final del corpus.

Como parte de la metodología general se presentan los siguientes diagramas para ilustrar las actividades que se realizaron durante el trabajo de investigación. La figura 4 engloba el proceso general de la propuesta de solución para el cumplimiento de los tres objetivos específicos y el objetivo general del proyecto.

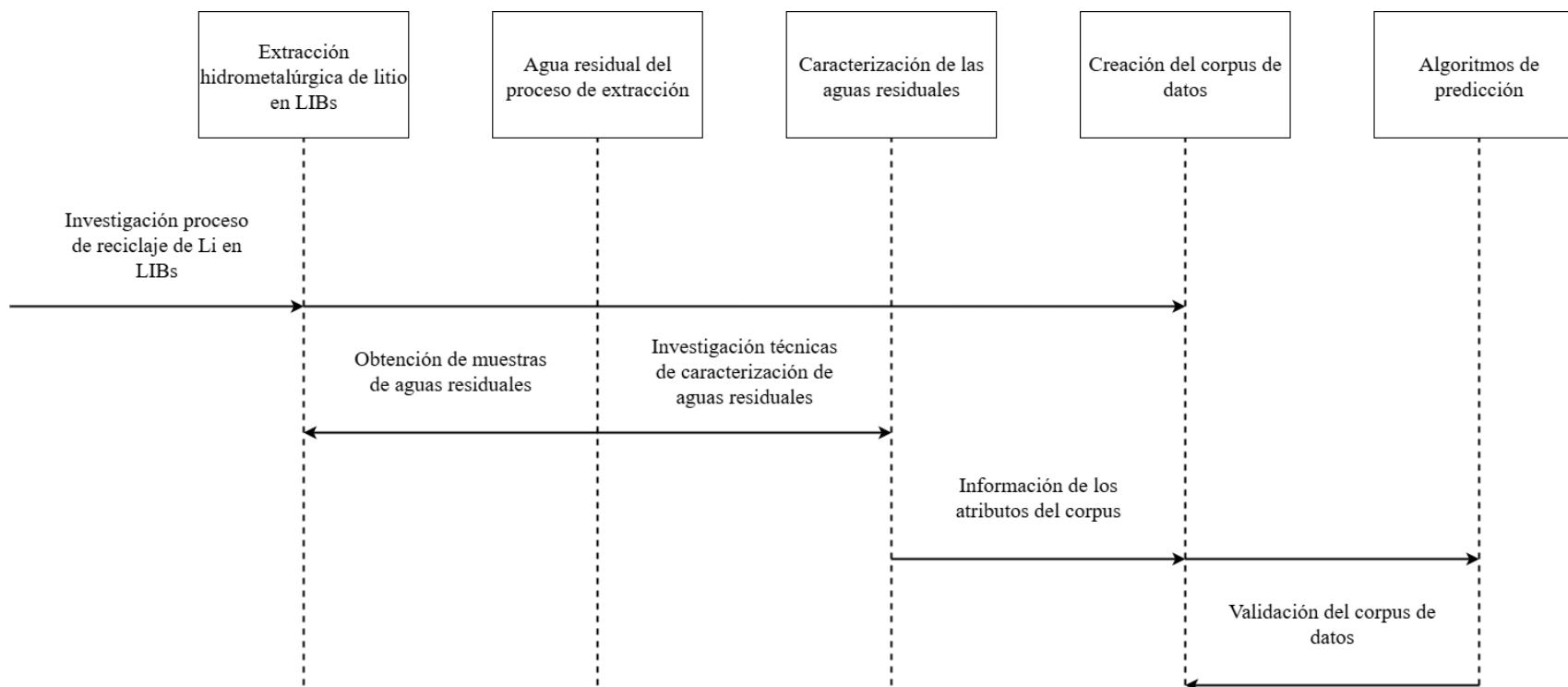


Figura 4 Diagrama UML de actividades generales.

La figura 5 representa las actividades necesarias para el cumplimiento del objetivo específico #1. El diagrama de la figura 6 describe en general la relación entre los resultados obtenidos de las actividades realizadas en los tres objetivos específicos, datos de extracción de litio y caracterización del agua residual, la creación del corpus con dichos datos y su validación final con los algoritmos de predicción.

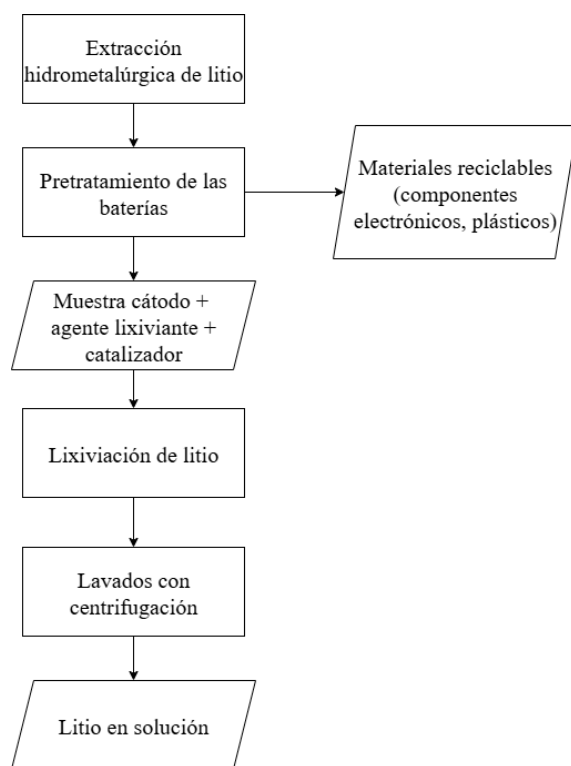


Figura 5 Diagrama general del proceso de extracción de Li en baterías.

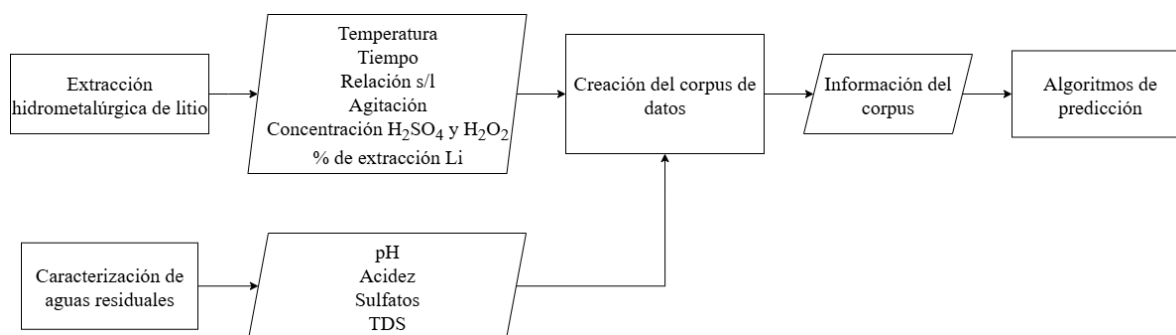


Figura 6 Diagrama de contexto que muestra la información de entrada y salida para el diseño del corpus de datos.

4.1 Lixiviación de LIBs

Las actividades a continuación descritas refieren al proceso detallado requerido en el punto I correspondiente al primer objetivo específico.

1. Desmantelamiento de las baterías de litio.
 - a. Comprobar del estado de la batería, verificar que la batería no tenga aspecto de haberse inflado o tenga derrame de líquidos.
 - b. Asegurarse de que la batería está totalmente descargada. Para esto se puede probar la carga de la batería conectándola a una lampara de LED, si la lampara no se enciende, entonces será seguro abrir la batería.
 - c. Abrir la carcasa de la batería para obtener el electrodo, este se encontrará en forma de rollo o en laminas dependiendo del modelo de la batería.
 - d. Separar manualmente el ánodo del cátodo. Visualmente se puede identificar el ánodo por ser la placa de cobre, el electrodo está cubierto de grafito, de ser necesario se debe raspar un poco del grafito para revelar el color de las láminas.
2. Pesar la lámina de cátodo de cada batería abierta.
 - a. Preparación del agente lixivante $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$, a esta mezcla de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno como catalizador se le llama comúnmente solución piraña (SP). Preparar SP en una proporción de 2:1 (2 partes de ácido sulfúrico y 1 parte de peróxido de hidrógeno). Se deben preparar al menos 30 ml de SP por cada 1g de cátodo a tratar.
3. Proceso de lixiviación.
 - a. Triturar el cátodo hasta pulverizar y pesar muestras de 1g.
 - b. En 30 ml de SP añadir la muestra de cátodo por tiempo y temperatura basados en la literatura para crear diversas variaciones de condiciones. Se puede agregar otro parámetro que es la agitación.
4. Lavados para retirar SP.

- a. Para separar la muestra lixiviada de la SP se debe someter a lavados mediante centrifugación, se deberá hacer una primera centrifugación para retirar la mayor cantidad posible de SP.
 - b. Posteriormente se deberá lavar la muestra lixiviada con agua desmineralizada y se centrifugará nuevamente. Este proceso ha de ser repetido al menos 3 veces para asegurar que la mayor cantidad de SP fue retirada.
 - c. El agua residual de cada lavado será apartada en un recipiente hermético y de color ámbar para su posterior caracterización.
5. Caracterización de la muestra.
- a. Pasar la muestra lavada a 50 ml Dimetil Sulfóxido (DMSO) y realizar prueba de voltametría de barrido lineal (VBL) aplicando potencial eléctrico de 0 a – 4 V.

4.2 Caracterización de aguas residuales

Los siguientes métodos de caracterización de agua residual corresponden a las actividades específicas y detalladas para el cumplimiento del punto II del primer objetivo específico. Todas las mediciones presentadas son procedimientos estándar para la evaluación de calidad de las aguas residuales.

Medición de acidez

La siguiente metodología para la medición de acidez en aguas residuales se muestra de manera gráfica en la figura 7.

1. Preparación de la muestra: Se transfirieron 100 mL de la muestra a un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
2. Adición del indicador: Al matraz se le adicionaron 2 gotas de disolución indicadora de fenolftaleína al 1%, garantizando una distribución homogénea mediante agitación constante.
3. Titulación con NaOH: La muestra se tituló con una disolución valorada de hidróxido de sodio (NaOH) 0.2 N, agregada de forma gradual desde una bureta graduada. La

titulación se detuvo al alcanzar el punto de vire del indicador, caracterizado por un cambio de coloración de incoloro a rosa persistente ($\text{pH} \approx 8.3$).

4. Registro de datos: Se anotó el volumen exacto de NaOH consumido durante la titulación, el cual corresponde a la acidez total de la muestra, expresada en equivalentes de CaCO_3 mg/L).

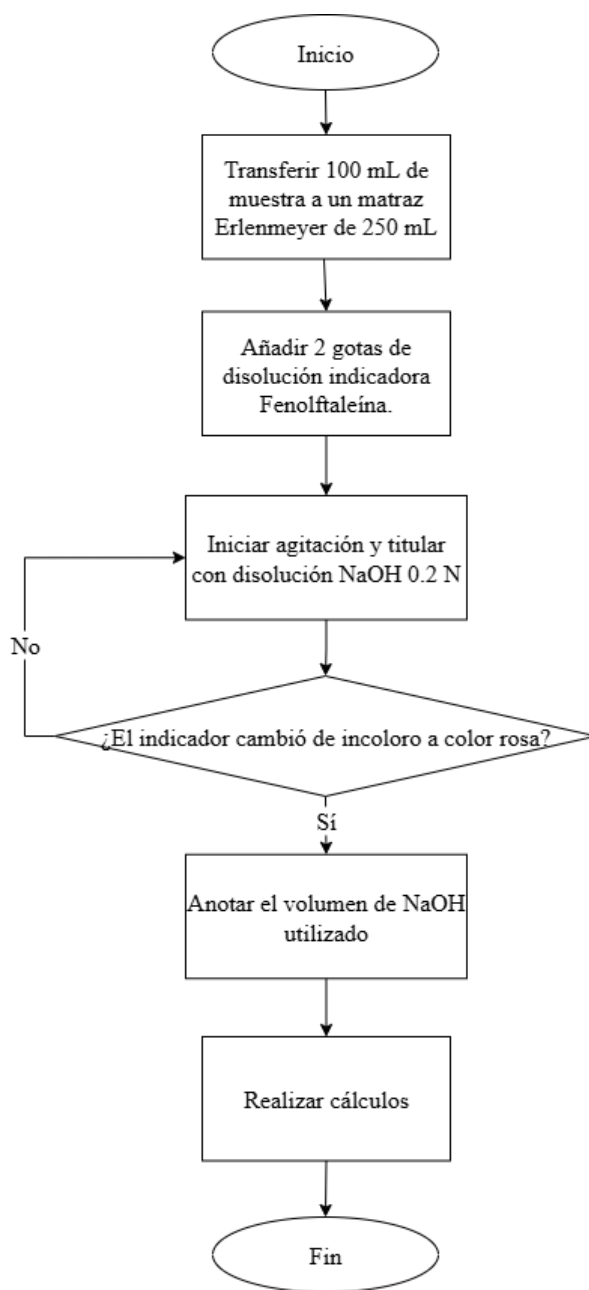


Figura 7 Método determinación de acidez en aguas residuales. NMX-AA-036-SCFI-2001.

Medición de temperatura

1. Condiciones de medición
 - Medición in situ: Siempre que sea posible, las mediciones deben realizarse directamente en el cuerpo de agua para evitar alteraciones en la temperatura.
 - Muestreo alternativo: En caso de que la medición directa no sea factible, se debe extraer una porción representativa de la muestra.
2. Preparación del instrumento
 - Limpieza previa: Antes de cada medición, el termómetro debe enjuagarse con agua destilada para evitar cualquier contaminación.
 - Estabilización: Se debe esperar el tiempo suficiente (aproximadamente 1 min) hasta que las lecturas se mantengan constantes.
3. Procedimiento de medición en muestras extraídas
 - Acondicionamiento de la muestra: Introducir el recipiente de muestreo en el agua y moverlo en movimientos circulares durante 1 minuto para equilibrar su temperatura con la del medio.
 - Retirar el recipiente con la muestra y proceder inmediatamente a la medición.
4. Uso del termómetro:
 - Sumergir el termómetro en el centro del recipiente hasta la marca de inmersión parcial (o hasta una graduación adecuada si es de inmersión total).
 - Mantener ligeros movimientos circulares durante al menos 1 minuto hasta que la lectura se estabilice.
 - Registrar el valor una vez alcanzada la estabilidad.
 - Cada medición debe realizarse por triplicado, reportándose el valor promedio.

El diagrama de la metodología anteriormente descrita se muestra en la figura 8.

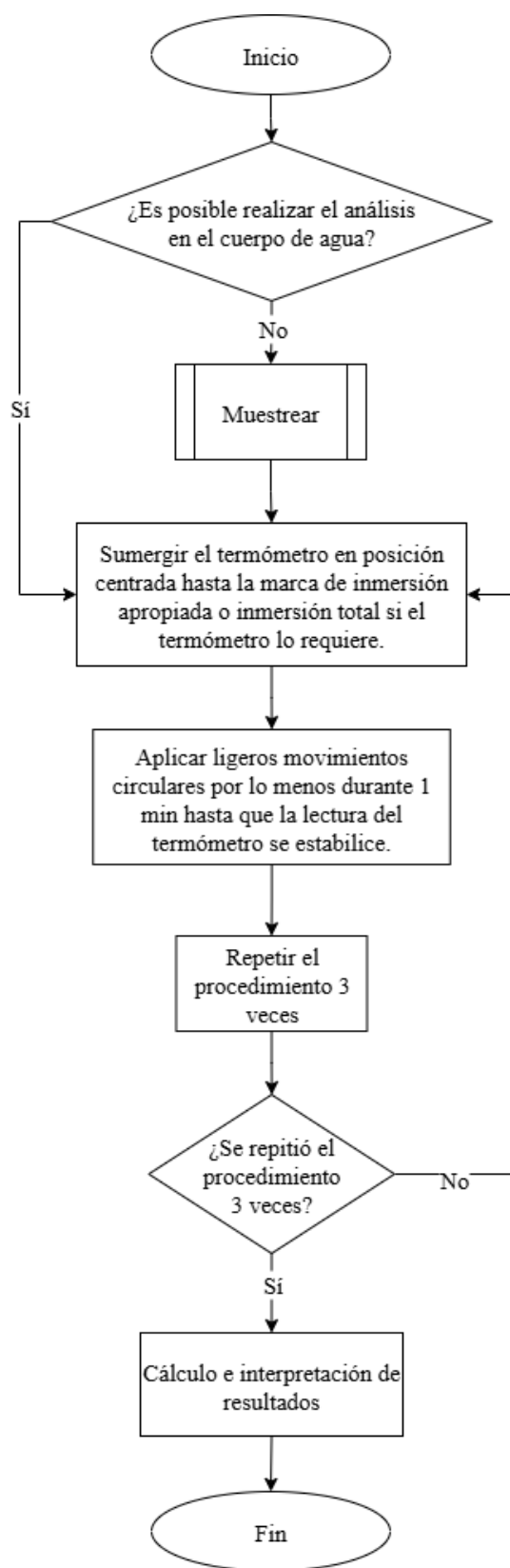


Figura 8 Medición de temperatura en aguas residuales. NMX-AA-007-SCFI-2013.

Medición de pH en agua

La figura 9 describe la metodología para medición de pH en aguas residuales siguiendo los pasos siguientes:

1. Condiciones previas
 - Calibración y verificación del equipo: Antes de realizar las mediciones, se debe asegurar que el potenciómetro esté correctamente calibrado.
 - Medición preferencial in situ: Siempre que sea posible, las mediciones deben realizarse directamente en el cuerpo de agua para evitar alteraciones en el pH.
 - Muestreo alternativo: Si la medición in situ no es factible, se debe extraer una alícuota representativa y realizar las mediciones en el menor tiempo posible.
2. Procedimiento de medición
 - Enjuagar el electrodo de pH con agua destilada o desionizada y secar suavemente con papel absorbente.
 - Sumergir el electrodo en la muestra problema, asegurando una inmersión adecuada según las especificaciones del fabricante.
 - Agitar levemente y esperar hasta que la lectura se estabilice.
 - Obtener al menos tres lecturas sucesivas independientes.
 - Entre cada medición, enjuagar el electrodo con agua destilada o desionizada y secar con papel absorbente.
3. Criterios de aceptación
 - Precisión: Las tres lecturas no deben presentar una desviación mayor a $\pm 0,03$ unidades de pH. En caso de superar este límite, repetir el proceso.
 - Temperatura: Si el equipo no cuenta con compensación automática de temperatura, registrar el valor de temperatura durante la medición.
4. Reporte de resultados
 - Valor final: Reportar el promedio de las tres lecturas, redondeado a una cifra decimal.
 - Si la medición no se realizó al momento del muestreo, indicar el tiempo transcurrido (no debe exceder 6 horas desde la colecta).

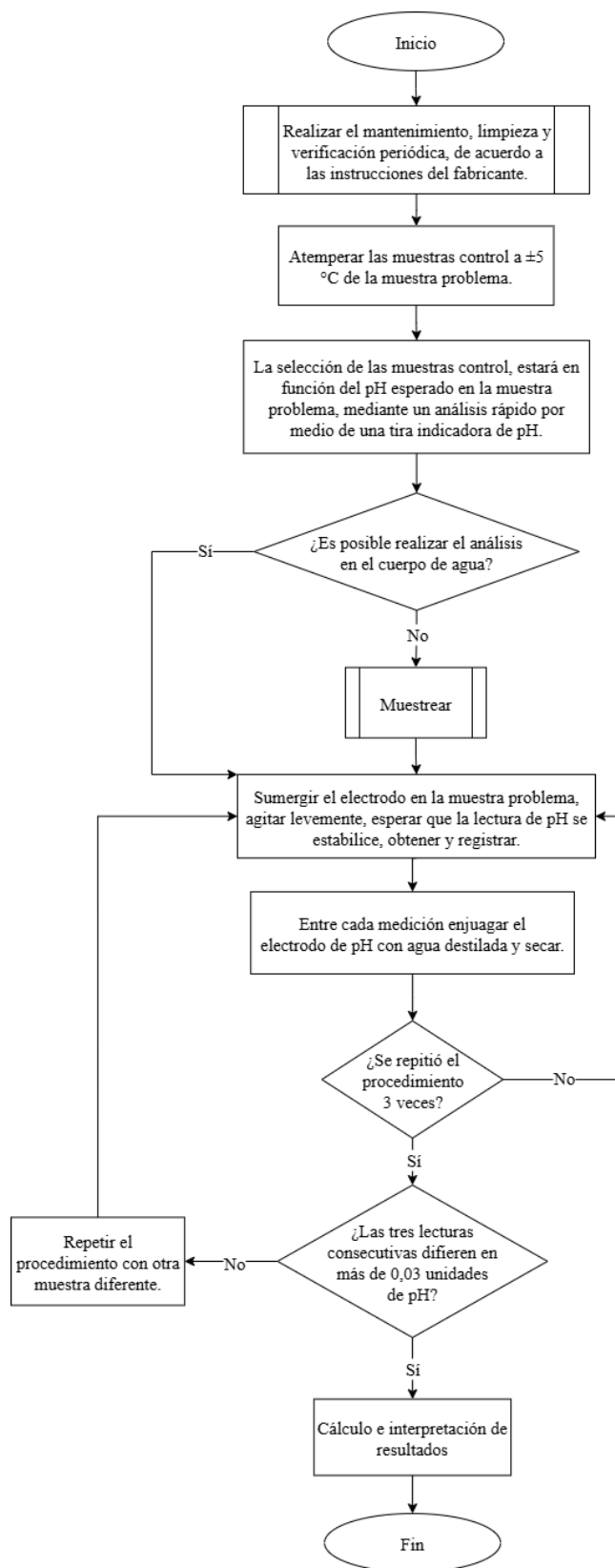


Figura 9 NMX-AA-008-SCFI-2016 para medición de pH en aguas residuales.

Medición de sólidos disueltos totales

El procedimiento para la medición de sólidos en aguas residuales se representa en el diagrama de flujo de la figura 10, así como en la metodología descrita a continuación:

1. Encender el medidor TDS y sumergir el electrodo en la muestra.
2. Revisar que no haya formación de burbujas alrededor del electrodo, eliminar de ser necesario.
3. Esperar la estabilización de la lectura por unos segundos.
4. Tomar la lectura estable.
5. Retirar el medidor de la muestra y limpiar el electrodo.

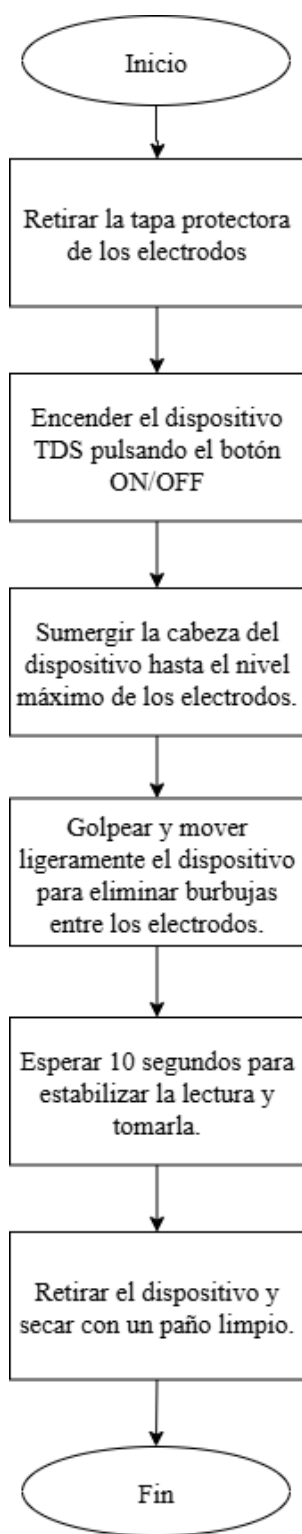


Figura 10 Medición de sólidos disueltos totales con dispositivo medidor TDS.

4.3 Diseño del corpus de datos

Para los fines de esta investigación, se diseñó una metodología específica para el desarrollo del corpus de datos descrita a continuación, estas actividades formaron parte de la ejecución de los objetivos específicos #2 y #3:

1. Revisión de literatura

Se realizó una investigación de literatura científica y técnica sobre el reciclaje de baterías de ion-litio usadas, **con el fin de recopilar información relevante acerca de los procesos, las técnicas y las variables involucrados** en su tratamiento.

2. Selección de la técnica de reciclaje

Con base en la revisión bibliográfica, se identificaron las técnicas más utilizadas en el reciclaje de litio, de las cuales se encontraron las tres más relevantes: hidrometalurgia, pirometalurgia y separación mecánica de los componentes de la batería, seleccionando la hidrometalurgia como la técnica que mejor se adaptó a los objetivos del proyecto.

3. Identificación de elementos clave del proceso para el diseño del corpus

- i. A partir de la literatura analizada, se determinaron **las categorías de las variables** esenciales para el proceso de reciclaje, incluyendo:
 - Materia prima: baterías ion-litio usadas y reactivos químicos empleados.
 - Reactivos químicos empleados.
 - Condiciones operativas: tiempo de reacción, temperatura, concentración de los reactivos y las muestras, entre otros.
- ii. Definición del tipo de datos del corpus. Se clasificaron los datos que conformarían el corpus en dos categorías:
 - Datos numéricos: Valores cuantitativos (ej. concentraciones, temperaturas, eficiencias de extracción).

- Datos nominales: Variables cualitativas (ej. tipo de reactivo, método de separación, tipo de batería).
- iii. Recopilación de información. La información para alimentar el corpus se obtuvo mediante tres enfoques posibles:
- Fuentes teóricas: Extracción de datos de artículos científicos y reportes técnicos.
 - Enfoque práctico: Realización de experimentos controlados en laboratorio para generar datos empíricos.
 - Combinación de ambos métodos.
- iv. Identificar los valores para cada atributo.
- v. Construcción del corpus basado en la información recopilada y el diseño de los pasos anteriores. La estructura final del corpus se detalla en el anexo D.
4. Implementación en Python para procesamiento de datos para la clasificación de los atributos del reciclaje de litio en baterías por hidrometalurgia.
- Selección de librerías especializadas según las necesidades del corpus (pandas, scikit-learn, numpy), con las siguientes funciones:
 - Lectura del corpus.
 - División de los datos en conjuntos de entrenamiento y prueba.
 - Evaluación de la exactitud mediante algoritmos de aprendizaje supervisado (KNN, SVM, Regresión Logística, entre otros).
5. Optimización de variables. Mediante selección de características, se generaron distintas combinaciones de variables para identificar aquellas con mayor peso estadístico en los resultados (ver estructura final del corpus en anexo D). Esto permitió:
- Eliminar variables redundantes o poco significativas.
 - Mejorar la precisión de los modelos predictivos.
 - Clasificación de nuevos datos.

6. Finalmente, se implementó un módulo en el código para ingresar nuevos datos y asignarles una clasificación automática, basada en los patrones identificados por el corpus y validados por los algoritmos de aprendizaje.

El código fuente completo de las implementaciones en Python descritas en los puntos 4, 5 y 6 se encuentra documentado en el Anexo C.

5. Productos y resultados

Este capítulo tiene como objetivo presentar los resultados obtenidos en la investigación. En primer lugar, se exponen los resultados relacionados con la fase inicial de pretratamiento y caracterización electroquímica de las baterías Ion-Li.

A continuación, se detallan los resultados del proceso de lixiviación de litio basado en la metodología hidrometalúrgica. Se presentan los datos clave sobre la eficiencia de extracción del litio. De forma paralela, se incluye la caracterización de las aguas residuales generadas en esta etapa, con sus respectivos datos e interpretación.

La parte central del capítulo se enfoca en el diseño y la construcción del corpus de datos, que es el producto final de este trabajo. Aquí se explica cómo toda la información recogida en las fases anteriores se integró para definir los atributos del corpus. También se muestra el proceso de evaluación que se siguió para decidir su estructura definitiva.

Para validar la calidad y utilidad de este corpus, se utilizaron algoritmos de aprendizaje supervisado. En esta sección se presentan los resultados de la eficiencia de estos modelos, los cuales confirman que el corpus es consistente y funcional.

Para finalizar, el capítulo recoge las conclusiones finales del estudio, se discute su relevancia y se proponen recomendaciones y posibles líneas de investigación futuras.

5.1 Pretratamiento de las baterías

Se desmantelaron tres baterías de litio: dos correspondían a celulares Samsung y Motorola, y la tercera a una laptop Acer. Sus características se detallan en la Tabla 9.

Tabla 9 Características de las baterías utilizadas para la extracción de litio.

Etiqueta	Marca	Forma	Voltaje (V)	Capacidad de carga (mAh)	Potencia (Wh)
A	Samsung	Prisma	3.85	3100	Desconocida
B	Motorola	Prisma	3.8	1735 – 1785	6.8
C	Acer	Cilindro	11.1	2120	25

Fuente: elaborado por el autor.

El desmantelamiento se realizó siguiendo las medidas de seguridad pertinentes. Previo a la apertura, se verificó que las baterías no tuvieran carga residual conectándolas a una lámpara de LED, lo cual garantizó que fuera seguro manipularlas.

Una vez confirmado lo anterior, se procedió a romper las carcasas de plástico con pinzas, evitando dañar los rollos de electrodos en el proceso (Figuras 11 y 12). Esta etapa requirió el uso constante de equipo de seguridad, ya que la apertura de las baterías libera gases potencialmente nocivos para la salud. Por ello, se emplearon guantes anticorte, lentes de seguridad, mascarilla y bata de laboratorio.



Figura 11 Proceso de desmantelamiento de una batería de litio.



Figura 12 Obtención del electrodo en rollo de la batería.

Los materiales plásticos, así como los desechos metálicos y electrónicos menores, fueron separados del resto de los componentes para su posible reciclaje en otros procesos. Posteriormente, el rollo del electrodo se dividió en dos recipientes tras identificar las placas del ánodo y el cátodo (Figuras 13 y 14). El litio se encontraba en forma de polvo mezclado

con un material conductor de carbono (grafito). Esta mezcla se adhiere a las placas de aluminio del cátodo mediante un solvente y un aglutinante (binder). El ánodo se construye de manera similar, con la diferencia de que el litio y el carbono se adhieren a una placa de cobre [61].



Figura 13 Separación de la placa del ánodo, es fácilmente identificable debido al color característico del cobre.



Figura 14 Separación de la placa del cátodo, el aluminio al que el componente de litio está adherido ayuda a identificarla.

Además de las placas del ánodo y el cátodo, las baterías contienen un electrolito compuesto por una mezcla de solventes y sales orgánicas de litio, entre las que destacan el hexafluorofosfato de litio (LiPF_6), el perclorato de litio (LiClO_4) y el hexafluoroarsenato de litio (LiAsF_6). Los solventes orgánicos más comunes son el etil-metil-carbonato, el dimetil-carbonato, el dietil-carbonato, el propileno-carbonato y el etileno-carbonato.

Finalizada la separación de las placas, el ánodo se reservó, ya que el foco del estudio era el cátodo. Este último se trituró hasta pulverizarlo para su posterior procesamiento en la etapa de lixiviación (Figura 15).

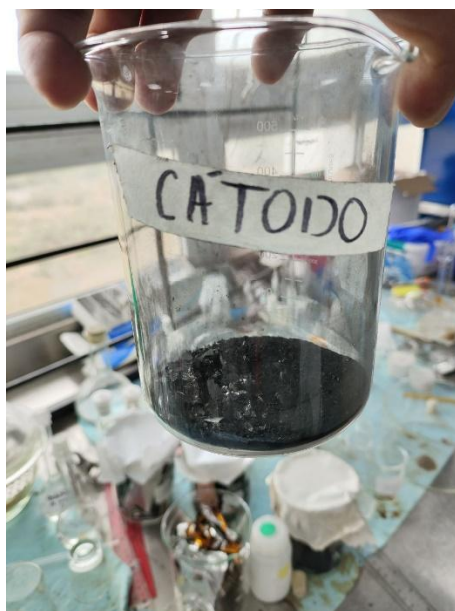


Figura 15 Cátodo pulverizado.

5.2 Curva de calibración de caracterización litio

Previo al análisis de resultados, se elaboró una curva de calibración utilizando perclorato de litio (LiClO_4) y cloruro de potasio (KCl) para la preparación de soluciones estándar. Estas soluciones sirvieron como referencia para la construcción de la curva, permitiendo establecer la relación entre la corriente eléctrica generada por el litio y su concentración en la solución.

Se prepararon diez soluciones estándar con concentraciones conocidas, en un rango de 0.003125 M hasta 1 M, utilizando dimetil sulfóxido (DMSO) como medio. Cada solución se analizó mediante voltametría de barrido lineal (VBL), aplicando un potencial eléctrico de 0 a -4 V para obtener su curva característica. En la Tabla 10 se detallan las concentraciones de las soluciones estándar empleadas en el estudio.

Tabla 10 Concentraciones de las soluciones estándar.

Medio	Compuesto	Concentración (M)
DMSO	LiClO ₄ - KCl	0.003125
		0.00625
		0.0125
		0.025
		0.05
		0.1
		0.2
		0.4
		0.8
		1

Fuente: elaborado por el autor.

Durante cada prueba de VBL, se registraron las señales características del perclorato de litio en el rango de potencial de -0 V a -4 V. Estas señales se graficaron para obtener una curva, como se ilustra en la Figura 16. Adicionalmente, en la Tabla 11 se especifican las señales de respuesta (corriente) obtenidas para cada solución estándar de concentración conocida [62].

Tabla 11 Señales de respuesta (corriente) para cada solución estándar.

Concentración molar (Y)	Corriente (X)
0.003135	8.09E ⁻⁰⁵
0.00625	-3.04E ⁻⁰⁴
0.0125	-3.16E ⁻⁰⁴
0.025	-5.39E ⁻⁰⁴
0.05	-5.45E ⁻⁰⁴
0.1	-5.45E ⁻⁰⁴
0.2	-5.59E ⁻⁰⁴
0.4	-6.13E ⁻⁰⁴
0.8	-0.0016
1	-0.00146

Fuente: elaborado por el autor.

Para generar la curva de calibración (Figura 16), se implementó un modelo de regresión polinómica en Python utilizando las bibliotecas numpy, matplotlib y scikit-learn. El código procesó los datos experimentales de concentración (X) y corriente (Y) de las soluciones estándar de $\text{LiClO}_4/\text{KCl}$, ajustándolos a un polinomio de quinto grado mediante el método de mínimos cuadrados.

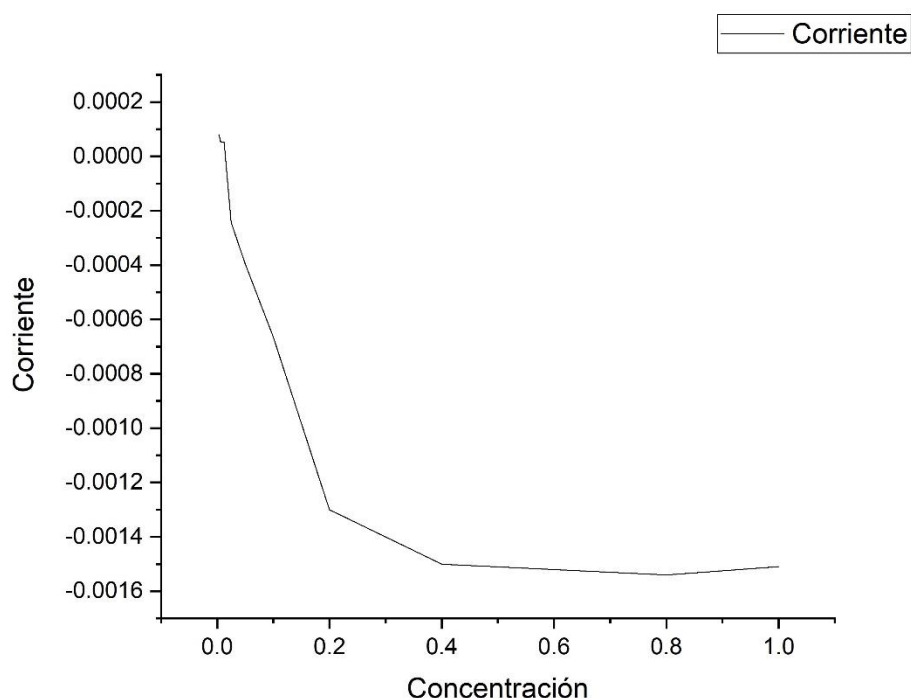


Figura 16 Curva de calibración obtenida por las señales de corriente de las soluciones estándar de LiClO_4 y KCl .

5.3 Resultados de lixiviación

Veintisiete muestras de cátodo previamente triturado fueron lixiviadas utilizando ácido sulfúrico como agente lixivante y peróxido de hidrógeno como catalizador. Durante el proceso, se variaron parámetros como las concentraciones del ácido y el catalizador, el tiempo de reacción, la temperatura, la relación sólido-líquido y la aplicación de agitación, con el fin de evaluar su influencia en la eficiencia del proceso.

La metodología empleada en las pruebas de lixiviación siguió los mismos pasos básicos para cada muestra, modificando únicamente los parámetros mencionados para analizar sus efectos en la extracción final de litio.

Preparación de la muestra

Para iniciar una prueba de lixiviación, fue necesario preparar la muestra de acuerdo con la relación sólido-líquido establecida. Esto implicó pesar la masa de cátodo requerida y preparar el volumen correspondiente de solución piraña (proporción 2:1).

Características de la solución piraña

La solución piraña consiste en una mezcla de H_2SO_4 y H_2O_2 , comúnmente en una proporción de 3:1, utilizada para separar compuestos orgánicos unidos a un sustrato. Se trata de una solución altamente reactiva, ácida y oxidante, por lo que su manipulación requiere precaución [63]. Aunque en algunos casos se emplean proporciones de 4:1 e incluso 7:1, en este estudio se utilizó exclusivamente una proporción de 2:1 para todas las muestras. Cabe destacar que la concentración máxima de catalizador (H_2O_2) nunca debe superar el 50% debido a riesgos de descomposición violenta.

Proceso de lixiviación

El procedimiento se realizó en un matraz Erlenmeyer de 250 mL, el cual se colocó sobre una parrilla eléctrica con agitación magnética. El sistema se mantuvo cerrado y se monitoreó la temperatura mediante un termómetro durante todo el tiempo de reacción.

Post-lixiviación y caracterización

Una vez finalizada la lixiviación, la muestra se lavó tres veces mediante centrifugación para eliminar el exceso de solución piraña. Posteriormente, se caracterizó mediante voltametría de barrido lineal (VBL), utilizando dimetil sulfóxido (DMSO) como medio debido a sus propiedades como solvente.

Según lo reportado en la literatura, la señal esperada para un compuesto de litio (LiClO_4) se ubica en -1.5 V . Por ello, la caracterización con VBL se llevó a cabo en un rango de potencial eléctrico de 0 a -4 V , garantizando así la detección de la señal correspondiente al litio [62].

La muestra 1 consistió en una solución con una proporción de 33 g/L de cátodo pulverizado y agua desmineralizada. Las condiciones de lixiviación aplicadas fueron las siguientes: $\text{H}_2\text{SO}_4\text{ }4\text{M}$, H_2O_2 al 30% , con un control de temperatura entre 70°C y 80°C . La temperatura se registró al inicio, a la mitad y al final del proceso para finalmente obtener una temperatura promedio durante todo el proceso. El tiempo de reacción fue de 30 minutos. Casi inmediatamente después de iniciada la reacción, se observó una coloración rojiza en la solución, fenómeno documentado previamente por Zhang [34] en procesos de lixiviación con HCl . La reacción se llevó a cabo en un matraz sellado para evitar pérdidas de agua por evaporación durante el calentamiento, lo cual podría alterar las concentraciones de ácido y peróxido. Cabe destacar que este procedimiento se repitió 27 veces para el resto de las muestras, ajustando diferentes condiciones experimentales para cada una de ellas.

Los resultados de la VBL para la muestra 1 se presentan en la Figura 17. Mediante el software Origin 2018 (versión 9.5), se realizó un análisis automático de señales. El análisis de señales reveló señales de litio no detectables visualmente, considerando aquellos cercanos a -1.5 V según lo reportado en la literatura [62]. La Figura 18 ilustra un ejemplo de las señales obtenidas para la muestra 1, identificando una respuesta de corriente de $-6.93\text{e-}04\text{ mAh}$ en el eje X. Con este dato, se interpoló la información utilizando un código de Python (ver Anexo B) basado en regresión lineal, lo que permitió resolver la ecuación polinómica de la curva de calibración mencionada en la sección anterior. Como resultado, se determinó una concentración de litio en la muestra lixiviada equivalente a un porcentaje de extracción del 84.65% .

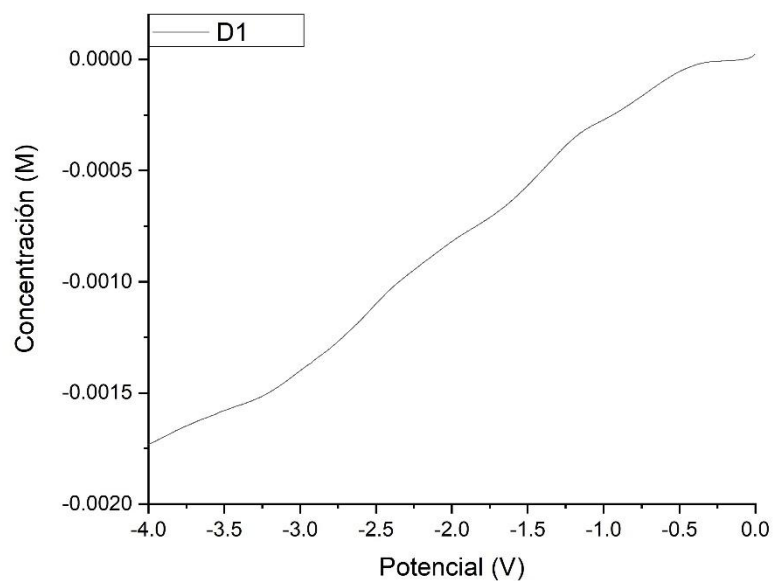


Figura 17 Respuesta de la corriente en la muestra 1 caracterizada por VBL con un potencial eléctrico de 0 a -4V.

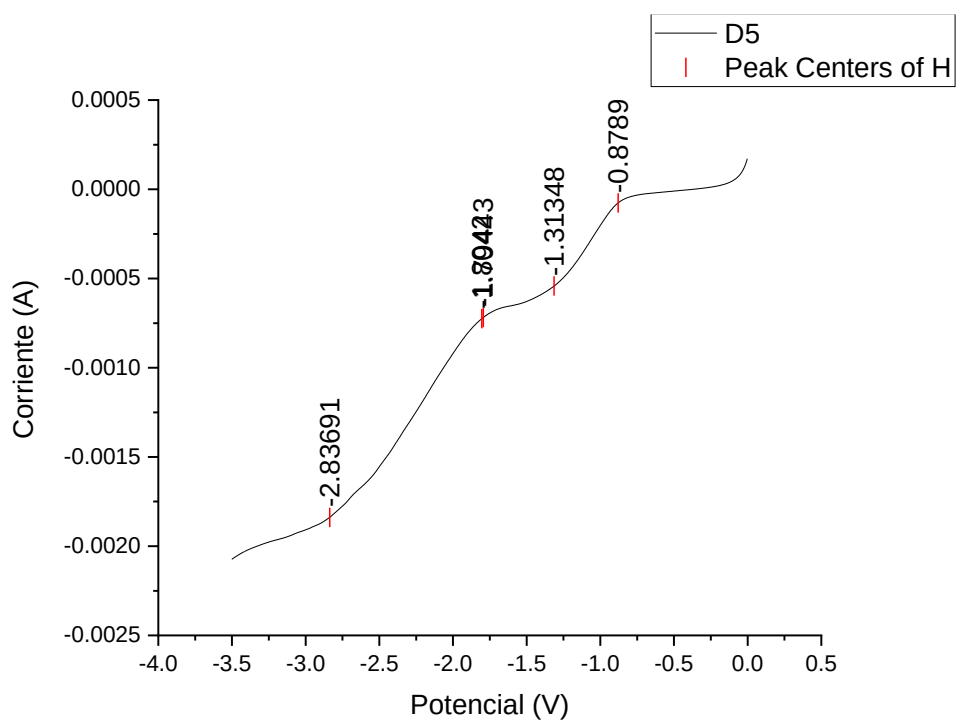


Figura 18 Ejemplo de las señales obtenidas en *Origin* con el análisis de picos (muestra 1).

En la Tabla 12 se resumen las condiciones de lixiviación aplicadas a cada muestra, junto con los resultados finales de la caracterización de litio.

Tabla 12 Condiciones de lixiviación de LIBs para muestras de cátodo.

Muestra	Relación (g/L)	Tiempo (min)	Temperatura (°C)	Concentración		Agitación (rpm)	% Litio
				H ₂ SO ₄ (M)	H ₂ O ₂ vol. %		
1	33	30	77	4	30	0	84.65
2	33	60	102	4	30	0	23
3	33	60	100	4	30	300	88.62
4	33	60	105	4	30	300	23.66
5	33	30	77	2	20	300	88.06
6	33	30	84	2	20	0	66.75
7	33	60	80	1	30	300	20.31
8	25	60	24	18.75	50	0	40.08
9	120	30	79	1	30	300	12.9
10	30	30	79	2	2	300	98.23
11	30	60	82	2	6	300	27.18
12	50	30	65	3	5	300	14.24
13	50	60	63	3	5	300	13.9
14	60	60	60	1.5	2	300	14.4
15	30	60	68	2	2	300	25.76
16	33	30	80	4	30	0	84.5
17	33	60	67	4	30	0	23
18	33	60	67	4	30	300	88.2
19	33	60	90	4	30	0	23.3
20	33	30	83	2	20	0	88.9
21	33	30	92	2	20	0	66.5
22	33	60	93	1	30	0	20.6
23	33	30	94	2	20	0	66.75
24	30	30	80	2	2	300	99.9
25	30	60	90	2	6	300	52.6
26	50	30	70	3	5	300	14.24
27	50	60	70	3	5	300	13.9

Fuente: Elaborado por el autor.

Discusión de resultados

Las concentraciones de H₂SO₄ y H₂O₂ son las variables determinantes del estudio. Considerando las muestras 1, 3, 5 y 10, que resultaron en las mayores concentraciones de litio, se concluye que el rango óptimo para el H₂SO₄ se encuentra entre 2 a 4 M. En el caso

de la concentración de H_2O_2 varía ampliamente, reportando buenos resultados a concentraciones bajas entre 2 a 6 vol.% como mencionan Jung [44] y Chen [45], esto se observa en la muestra D10. Sin embargo, las muestras 1, 3, 5 y 10 evidencian que es preferible usar concentraciones mayores a partir de 15 hasta 30 vol.%, tal como lo recomiendan Fan [47] y Shin [35].

No obstante, es crucial seguir las recomendaciones de seguridad y evitar concentraciones superiores al 50 vol.% debido al riesgo de reacciones violentas y peligrosas al mezclarse con H_2SO_4 .

En cuanto al tiempo, la eficiencia de extracción de litio alcanza niveles elevados a partir de los 10 a 30 minutos de reacción como reportan las investigaciones de Shin [35] y Fan [47]. Con los resultados de este estudio, no se observa un aumento en la concentración de litio al extender el tiempo de reacción, como en las muestras 2, 7, 11, 17, 19, 22 y 27 por mencionar algunos ejemplos. Tomando lo dicho en consideración, el exceder 30 minutos de lixiviación no garantiza mayor concentración de litio, sino que, la eficiencia de extracción depende de la combinación de los valores óptimos de todas las variables.

Contrario al tiempo, la temperatura sí influye significativamente en la eficiencia. Se propone que la temperatura varíe entre 60 a 80 °C. Sin embargo, los resultados de las muestras 1, 3, 5, 6, 10, 16, 20 y 24 sugieren que la lixiviación tiene mejor desempeño a temperaturas cercanas a 80 °C, lo que es confirmado con los resultados de las muestras 12, 13, 14, 15, 17, 26 y 27 que con temperaturas cercanas a 60 °C presentaron las concentraciones más bajas de litio. En cuanto a la muestra 7 a pesar de que la temperatura fue de 80 °C, se concluye que la elección de baja concentración de H_2SO_4 fue el factor limitante en la extracción.

Vieceli [46] menciona que la relación sólido-líquido (S/L) debe mantenerse entre 15 y 800 g/L, Shin [35] recomienda que la relación S/L no debe ser mayor a 50 g/L, de lo contrario, la eficiencia podría decaer. No obstante, no concluyen que sea un factor que afecte significativamente en el resultado final. El análisis global de este estudio afirma lo mencionado con anterioridad, ya que esta variable no muestra impacto positivo o negativo en los resultados mientras se encuentre dentro de los valores dichos.

Por otra parte, los trabajos de investigación no mencionan los efectos de la agitación en el proceso, e igual que en este estudio, no se reporta efecto alguno en los resultados. Si bien podría ayudar a mejorar el contacto entre el cátodo y el agente lixiviante durante la reacción, no es una variable esencial y puede ser omitida sin afectar la eficiencia de extracción.

Simplificando el análisis de resultados, se encontró que las condiciones óptimas para mejorar la extracción de litio son las siguientes: concentración 2 a 4 M de H_2SO_4 , concentración 15 a 30 vol.% de H_2O_2 , 30 min de tiempo, temperatura a 80 °C, relación S/L entre 15 a 50 g/L y 300 rpm en caso de elegir agregar agitación. Con la combinación de estas variables se garantiza un mejor desempeño del proceso.

5.4 Caracterización de aguas residuales

Cada una de las muestras utilizadas para la extracción de litio generó agua residual, la cual fue caracterizada según la metodología descrita en el capítulo anterior. Los resultados correspondientes a cada muestra se presentan en la Tabla 13.

Tabla 13 Resultados de la caracterización de las aguas residuales obtenidas en el proceso de extracción de litio por muestra.

Muestra	pH	Acidez (CaCO ₃ mg/L)	TDS (mg/L)	Sulfatos (mg/L)	Propiedades organolépticas		
					Color	Olor	Turbidez
1	1.37	470	393	>100	Leve coloración roja	Irritante y penetrante	Con partículas flotantes
2	2.59	180	655	>100			
3	1.37	190	752	>100			
4	2.27	780	972	>100			
5	3.02	150	514	>100			
6	2.44	910	137	>100			
7	4.97	80	397	>100			
8	2.44	910	137	45			
9	4.84	475	184	45			
10	2	400	184	45			
11	5.33	500	184	85	Incoloro		
12	3	900	145	>100			
13	3	900	145	>100			

14	5	900	145	>100			
15	5	900	145	>100			
16	1	470	391	>100			
17	2.5	180	655	>100			
18	2.5	180	655	>100			
19	2.27	780	972	>100	Leve coloración roja		
20	3.02	150	514	>100			
21	2.4	910	137	>100			
22	4.9	80	397	>100			
23	2.44	910	137	>100	Incoloro		
24	2	400	184	45			
25	3	500	184	85			
26	3	900	145	>100			
27	3	900	145	>100			

Fuente: Elaborado por el autor.

Discusión de resultados de la caracterización de aguas residuales

De acuerdo con la NOM-127-SSA1-2021, entre las variables analizadas, existen valores que exceden los límites máximos permisibles establecidos por la norma. El pH de las aguas residuales debe encontrarse entre 6.5 y 8.5 unidades; sin embargo, ninguna de las muestras cumple con este requisito, ya que todas presentan valores de pH ácido, lo que indica la necesidad de un tratamiento de neutralización previo a su disposición final.

En cuanto a la acidez, expresada en unidades de CaCO_3 mg/L equivalentes, los valores oscilan entre 80 y 910 mg/L. La NOM-127-SSA1-2021 establece un límite máximo permisible de 500 mg/L para cumplir con el criterio mínimo de desecho, por lo que algunas muestras superan este parámetro.

Respecto a los sólidos totales disueltos (TDS), el límite máximo permisible según la norma oficial es de 1000 mg/L. En este caso, todas las muestras cumplen con el criterio establecido. No obstante, este factor debe considerarse con atención, ya que un aumento en la relación sólido-líquido durante el proceso de extracción de litio podría alterar directamente la concentración de TDS en el agua residual. De ser necesario, se sugeriría un tratamiento de sedimentación o filtración para eliminarlos antes de su disposición final.

Para los sulfatos, la norma establece un límite máximo de 400 mg/L. En las muestras analizadas, la mayoría supera los 100 mg/L, pero no fue posible determinar los valores exactos debido a que la escala de medición del kit de sulfatos era inferior a la requerida. Se recomienda realizar un nuevo análisis con un kit de medición adecuado al rango necesario o emplear un método de dilución para obtener mediciones precisas. Esto permitiría determinar si el agua residual requiere un tratamiento adicional para la remoción de sulfatos.

En lo que se refiere a las propiedades organolépticas, la NOM-127-SSA1-2021 no establece estándares específicos. Sin embargo, se sabe que el agua potable debe ser inodora, incolora, insípida y sin turbidez. En este estudio experimental, se evaluaron tres de estas propiedades: color, olor y turbidez. Se omitió el sabor debido al conocimiento de la presencia de contaminantes derivados del proceso de lixiviación de metales, en el que se utilizó ácido como agente lixivante.

En las muestras analizadas, se detectó un olor irritante y penetrante, producto de la reacción del ácido sulfúrico con otros elementos. En cuanto al color, este varió desde incoloro hasta una leve tonalidad rojiza, posiblemente causada por reacciones de oxidación-reducción de los metales presentes en el cátodo de las baterías.

Midiendo la turbidez de las muestras de agua residual como propiedad organoléptica, se observan partículas flotantes en el agua que evitan que el agua sea cristalina como debería serlo en agua potable, así como turbidez causada por la misma coloración rojiza antes descrita que impide el paso libre de la luz a través del agua.

En cuanto a la turbidez, se observaron partículas suspendidas en el agua, lo que impide que esta sea cristalina, como debería ser en el caso de agua potable. Asimismo, la coloración rojiza mencionada limita el paso de la luz a través de la muestra, lo que contribuye al aumento de la turbidez.

5.5 Diseño del corpus de datos

Los resultados obtenidos en la etapa de lixiviación demuestran que las configuraciones de los parámetros de lixiviación aplicados han sido efectivos para la extracción de litio a partir de baterías usadas, lo cual representa un avance significativo en el aprovechamiento de estos residuos. Los datos recopilados constituyen la base fundamental para el diseño y construcción del corpus de datos, producto final de esta investigación.

Selección y validación de atributos

Para la creación del corpus de datos, se seleccionaron todos los atributos utilizados en el proceso de extracción de litio, junto con aquellos correspondientes a la caracterización de las aguas residuales, resultando en un total de once atributos. En la etapa de extracción de litio los siguientes fueron los atributos seleccionados para ser incorporados como parte del corpus de datos:

- Relación sólido-líquido
- Tiempo
- Temperatura
- Concentración del agente lixivante (H_2SO_4)
- Concentración del catalizador (H_2O_2)
- Agitación
- Porcentaje de extracción de litio

Como se mencionó, el proceso de extracción de litio genera aguas residuales, las cuales fueron analizadas conforme a la normatividad mexicana (NOM-127-SSA1-2021). Los análisis se basaron en la generación de contaminantes derivados de los reactivos utilizados, definiendo así los siguientes atributos para la caracterización de las aguas residuales:

- Sulfatos
- pH
- Sólidos totales disueltos
- Acidez
- Color

- Olor
- Turbidez

La tabla 14 resume las descripciones breves de los once atributos mencionados para la conformación del corpus de datos, así como el rango aproximado de valores esperados para cada uno de ellos. La estructura final del corpus con todos los datos obtenidos por experimentación y literatura se encuentran en el anexo D.

Tabla 14 Descripción de los atributos que conforman el corpus de datos y los rangos de valores que pueden tomar.

Atributo	Descripción
Relación sólido-líquido	Proporción entre la cantidad de masa del sólido y volumen del líquido. Rango recomen: 25 – 120 g/L
Tiempo	Tiempo de reacción en el proceso de lixiviación. Rango: 30 – 60 min
Temperatura	Temperatura controlada en el proceso de lixiviación. Rango: 70 – 100 °C
Concentración de H ₂ SO ₄	Concentración molar del agente lixivante. Rango: 1 – 4 M
Concentración de H ₂ O ₂	Concentración porcentaje volumen del catalizador. Rango: 2 – 30 vol.%
Agitación	Agitación magnética. Rango: 0 – 300 rpm
Porcentaje de extracción de Li	Porcentaje final del litio extraído en el proceso de lixiviación. Depende de la combinación de valores de los atributos anteriores. Rango recomendado: > 80%
Sulfatos	Concentración de iones sulfato SO ₄ ²⁻ en el agua residual. Rango: 45 – >100 mg/L
pH	Medida de acidez o alcalinidad de una sustancia. Rango: <7
Sólidos totales disueltos	Cantidad total de sales, minerales y metales disueltos en una disolución. Es un indicador de la carga contaminante. Rango: 100 – 900 mg/L
Acidez	Capacidad de una solución para donar protones (iones de hidrógeno).

	Rango: 80 – 900 CaCO ₃ mg/L
Color	Propiedad organoléptica visual. Rango: Incoloro a coloración rojiza.
Olor	Propiedad organoléptica sensorial. Rango: Olor ácido, irritante y/o penetrante.
Turbidez	Grado de transparencia del agua, afectado por la presencia de partículas sólidas en suspensión. Rango: Sin partículas a presencia de partículas flotantes.

Fuente: Elaborado por el autor.

Fuentes de datos y algoritmos aplicados

La estructura final del corpus permitirá no solo evaluar los datos experimentales, sino también validar algoritmos de aprendizaje supervisado. Estos algoritmos facilitarán el análisis de los datos generados y permitirán realizar predicciones sobre nuevos conjuntos de datos o interpolar información faltante dentro del mismo corpus, optimizando así el aprovechamiento de la información recolectada.

En el Anexo C se incluye el código en Python de los algoritmos de aprendizaje supervisado implementados, así como el proceso de lectura del corpus de datos. Esta implementación permitirá verificar la eficiencia y precisión de cada algoritmo en función de los atributos definidos, asegurando que el corpus sea una herramienta robusta para futuras investigaciones en el ámbito de la recuperación de litio y el tratamiento de aguas residuales asociadas.

Este enfoque busca contribuir al desarrollo de métodos más eficientes y precisos para la extracción de litio, además de promover la sostenibilidad en el reciclaje de baterías usadas.

Análisis de correlación entre atributos

Para descartar redundancias, se realizó un análisis de correlación entre los atributos. Este análisis identifica si existen atributos cuyos datos aporten información similar al utilizar el corpus para clasificación con algoritmos de aprendizaje supervisado. Teóricamente, un resultado >0.9 indica redundancia, lo que sugiere la eliminación de uno de los atributos involucrados, mientras que valores cercanos a 0 indican ausencia de correlación.

El análisis se ejecutó en dos etapas: una para los atributos del proceso de extracción de litio y otra para los de caracterización de aguas residuales. Los resultados se presentan en las Figuras 19 y 20, respectivamente.

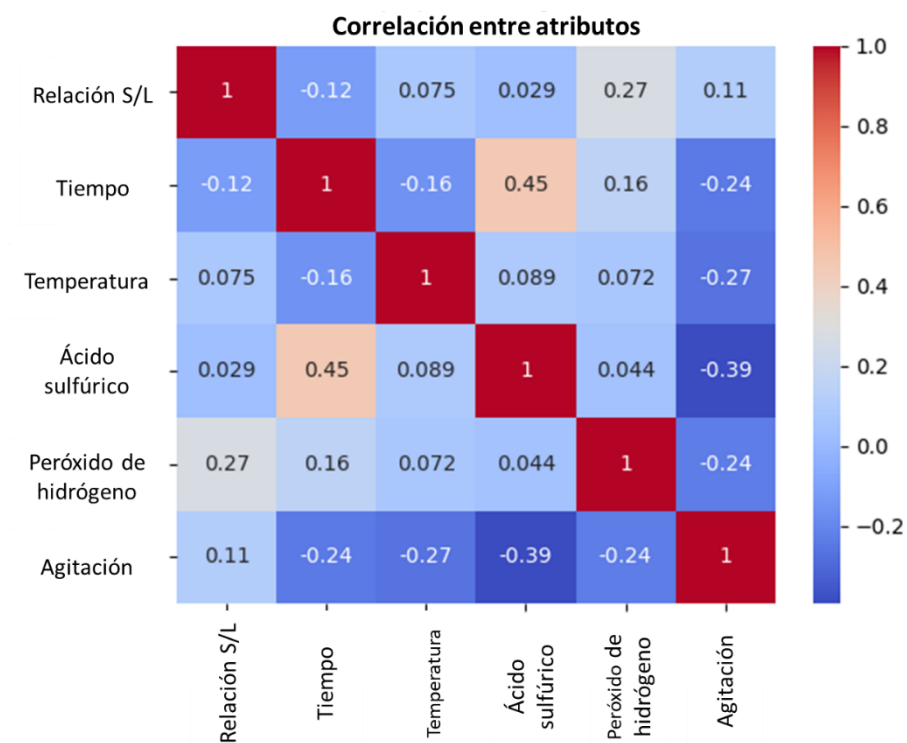


Figura 19 Resultados del análisis de correlación entre los atributos del proceso de lixiviación de litio.

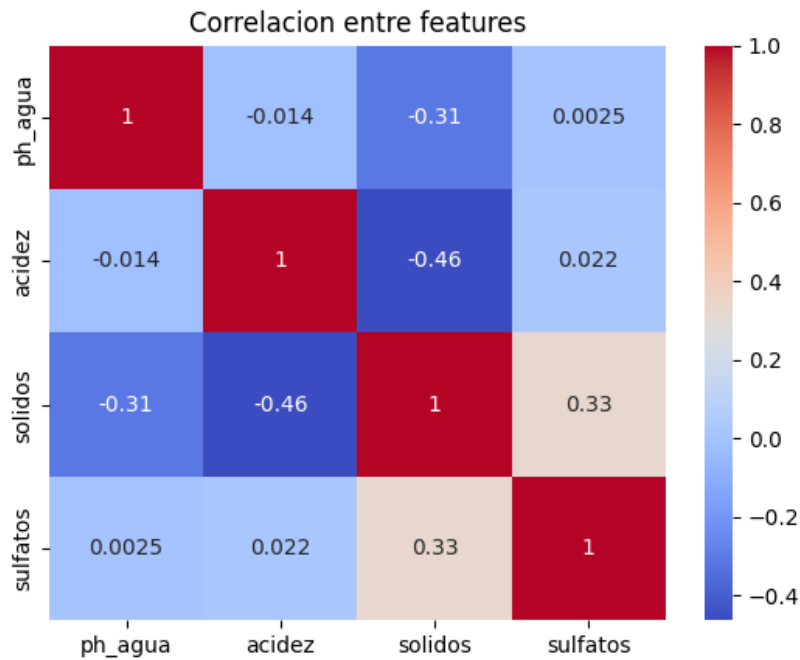


Figura 20 Resultados del análisis de correlación entre los atributos de la caracterización de aguas residuales.

En ninguno de los casos las correlaciones superaron el umbral de 0.9, lo que confirma que no es necesario eliminar atributos y que cada uno aporta información relevante al corpus. Esto mejora la eficiencia en la clasificación con algoritmos de aprendizaje supervisado.

Cabe destacar que, en la Figura 19, los atributos con mayor correlación (0.45) fueron el tiempo y la concentración de H_2SO_4 . Aunque este valor es bajo, en caso de confusión, se aclara que, según los resultados experimentales y la literatura, ambas variables están directamente relacionadas y se complementan para optimizar la eficiencia en la extracción de litio.

Resultados de los algoritmos aplicados

La tabla 14 muestra los resultados de eficiencia obtenidos al entrenar con el corpus de datos los siguientes algoritmos de aprendizaje supervisado:

- Regresión logística
- Árbol de decisión
- Vecinos más cercanos KNN

- Análisis discriminante lineal
- Gaussian
- Máquina de soporte vectorial

Tabla 15 Resultados de eficiencia de los algoritmos de aprendizaje supervisado entrenados con el corpus de datos.

Algoritmo	Eficiencia del conjunto de entrenamiento (%)	Eficiencia del conjunto de prueba (%)
Regresión logística	80	79
Árbol de decisión	100	92
K vecinos más cercanos	84	81
Análisis discriminante lineal	84	80
Gaussian	83	79
Máquina de soporte vectorial	86	79

Fuente: elaborado por el autor.

Validación de resultados

Los resultados del conjunto de prueba son los utilizados para medir la eficiencia predictiva de los algoritmos. Con el fin de validar dichos resultados, se ejecutó una prueba empleando el algoritmo de árbol de decisión (Anexo C), seleccionado por presentar el mayor porcentaje de eficiencia.

Como caso ilustrativo, se utilizaron los datos de la muestra 18, tomando el porcentaje de extracción de litio como la clase a predecir y el resto de los atributos como variables de clasificación. Según los resultados asociados a esta muestra, el valor esperado de extracción era del 88%. Al introducir los datos en el modelo, se obtuvo el siguiente resultado (figura 21):

```
Ingrese los valores para clasificacion (deje vacio para NaN):  
relacion_sl: 33  
tiempo: 60  
temperatura: 67  
conc_acido: 4  
conc_hidrox: 30  
agitacion: 300  
ph_agua: 2.5  
acidez: 180  
solidos: 655  
sulfatos: 100  
  
Valor estimado de litio: 85.00
```

Figura 21 Resultado de prueba de validación usando el algoritmo árbol de decisión para predicción del porcentaje de extracción de litio en muestra 18.

Como puede observarse, el valor estimado por el algoritmo de árbol de decisión fue del 85%, el cual resulta muy próximo al 88% esperado. Esto demuestra que el corpus de datos empleado es robusto y relevante para el entrenamiento adecuado de algoritmos de aprendizaje supervisado, lo que permite realizar predicciones confiables con nuevos datos.

6 Conclusiones, recomendaciones y trabajos futuros

6.1 Conclusiones

Se logró el cumplimiento del objetivo general de este proyecto al diseñar exitosamente un corpus de datos que integra variables clave del proceso de reciclaje hidrometalúrgico de litio en baterías, utilizando ácido sulfúrico como agente lixivante, así como variables de la caracterización de las aguas residuales generadas por este método.

El diseño del corpus de datos permitió seleccionar los atributos adecuados para el entrenamiento de modelos de aprendizaje supervisado, lo que facilita su uso en la predicción de variables con nuevos datos. Además, el corpus no solo posibilitó la predicción de variables futuras, sino también de datos faltantes dentro de la información que lo conforma. Asimismo, ofrece la flexibilidad necesaria para que cualquier atributo pueda ser la clase a predecir.

También se cumplieron los objetivos específicos:

- Objetivo 1: Se obtuvieron datos experimentales representativos del proceso de extracción de litio mediante experimentación en laboratorio, complementados con información de la literatura referenciada. De igual forma, se recopilaron datos experimentales de la caracterización del agua residual generada en el proceso, lo que permitió formalizar la relación entre ambos aspectos.

- Objetivo 2: Se definieron los atributos críticos del corpus de datos (once en total), seleccionados mediante el análisis de la literatura y confirmados mediante un análisis estadístico (correlación de atributos).
- Objetivo 3: Se implementaron con éxito seis algoritmos de aprendizaje supervisado para validar la utilidad del corpus, obteniendo resultados predictivos aceptables.

Dado que el corpus de datos demostró ser adecuado para su uso con los seis algoritmos de aprendizaje supervisado evaluados, se confirma el cumplimiento de la hipótesis de esta investigación. Esto se debe a que el corpus contiene información robusta que caracteriza tanto el proceso de reciclaje de litio por hidrometalurgia como las aguas residuales generadas.

Relevancia del estudio

Este trabajo contribuye a formalizar la relación entre dos aspectos críticos, pero poco explorados en la literatura: el reciclaje hidrometalúrgico de litio y la caracterización sistemática de sus aguas residuales. Si bien la hidrometalurgia se promueve como una alternativa sostenible para recuperar litio de baterías usadas, evitando su disposición final y reduciendo la demanda de minería primaria, su impacto ambiental secundario, asociado a la generación de efluentes contaminados (con metales pesados, ácidos residuales o sales), ha sido subestimado en estudios previos. La falta de protocolos estandarizados para analizar estos residuos líquidos representa un vacío técnico y normativo, ya que su manejo inadecuado puede derivar en no conformidades con regulaciones ambientales. Al diseñar un corpus de datos que integra ambos temas, esta investigación no solo optimiza la eficiencia del reciclaje, sino que también propone un marco cuantificable para evaluar y mitigar riesgos ambientales, alineándose con los principios de la economía circular y la responsabilidad legal en la gestión de residuos industriales.

6.2 Recomendaciones y trabajos futuros

Se recomienda continuar ampliando la información del corpus de datos, tanto con nuevos datos experimentales como con aquellos disponibles en la literatura, para robustecer aún más su estructura y mejorar la etapa de entrenamiento de los algoritmos de aprendizaje.

El diseño del corpus de datos deja abierta la posibilidad de incorporar nuevas variables, como el uso de diferentes agentes lixiviantes, mencionados en el marco teórico del trabajo. Actualmente, el corpus se limita al ácido sulfúrico, pero podría modificarse para incluir otros ácidos orgánicos e inorgánicos en la extracción de litio.

Asimismo, el diseño es escalable para recopilar información del proceso primario de extracción de litio, es decir, la minería. Esto permitiría contar con una herramienta técnica integral para este proceso.

Sin embargo, la metodología del diseño del corpus no se limita exclusivamente al reciclaje de litio y la caracterización de sus aguas residuales, sino que puede aplicarse al desarrollo de corpus de datos en otras áreas de investigación.

Finalmente, también se sugiere explorar el uso del corpus en técnicas de aprendizaje automático no supervisado, con el fin de identificar patrones implícitos en los datos.

Bibliografía

- [1] D. Y. Medina Velazquez, «Recuperación de litio a partir de pilas de desecho por métodos hidrometalúrgicos», Instituto Politécnico Nacional, Ciudad de México, 2008.
- [2] N. Antuñano y I. Careaga, «Análisis de los grandes procesos de reciclaje en el sector de las baterías». 2021.
- [3] «Impacto ambiental extracción de minerales». Diplomado Cadena de Valor del Litio. Accedido: 4 de agosto de 2023. [En línea]. Disponible en: <https://drive.google.com/file/d/1J5JzVHciShLhWUCs3d-KvZnevJ0h88-2/view>
- [4] «Impactos por la extracción de minerales». Diplomado Cadena de Valor del Litio. Accedido: 4 de agosto de 2023. [En línea]. Disponible en: https://drive.google.com/file/d/1MJ0WmoGVoktK4oOuUnMa8gBQdZ3yu_jl/view
- [5] F. Dubois, J. E. Sambeth, y M. A. Peluso, «Reciclado de baterías de ión-Li agotadas. Aplicaciones tecnológicas de los metales recuperados», p. 13.
- [6] B. Swain, J. Jeong, J. Lee, G.-H. Lee, y J.-S. Sohn, «Hydrometallurgical process for recovery of cobalt from waste cathodic active material generated during manufacturing of lithium ion batteries», *Journal of Power Sources*, vol. 167, n.º 2, pp. 536-544, may 2007, doi: 10.1016/j.jpowsour.2007.02.046.
- [7] G. H. D. S. Moura, J. D. S. Ferreira, L. M. Mesquita, L. H. D. R. MENÊZES, y M. M. D. Resende, «RECUPERAÇÃO DE METAIS ATRAVÉS DA BIOLIXIVIAÇÃO DE BATERIAS DE ÍONS DE LÍTIO UTILIZANDO ACIDITHIOBACILLUS THIOOXIDANS», en *Blucher Chemical Engineering Proceedings*, Uberlândia: Editora Blucher, ago. 2019, pp. 2709-2715. doi: 10.5151/cobecic2019-PBIO42.
- [8] «Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente». 28 de enero de 1988.
- [9] «Ley de Aguas Nacionales». 1 de diciembre de 1992.
- [10] I. González, «Premio Nobel de Química 2019: baterías Ion-Li», *Educación Química*, vol. 31, n.º 1, p. 12, feb. 2020, doi: 10.22201/fq.18708404e.2020.1.72730.
- [11] «2.3.5 Ión-Litio», presentado en Diplomado Cadena de Valor del Litio, Accedido: 4 de agosto de 2023. [En línea]. Disponible en: <https://view.genial.ly/64643f91bd86610011a2b080>
- [12] D. Deng, «Li-ion batteries: basics, progress, and challenges», *Energy Sci Eng*, vol. 3, n.º 5, pp. 385-418, ago. 2015, doi: 10.1002/ese3.95.
- [13] «Componentes básicos de un sistema de baterías de ion-Litio.», presentado en Diplomado Cadena de Valor del Litio, Accedido: 4 de agosto de 2023. [En línea]. Disponible en: <https://view.genial.ly/6472263b3f435f00115bc8d4>
- [14] N. Ramos Lora, «2.2 Funcionamiento y características de una batería», presentado en Diplomado Cadena de Valor del Litio, ITESHU, Hidalgo. Accedido: 4 de agosto de 2023. [En línea]. Disponible en: <https://view.genial.ly/647246586921f70010156768>
- [15] A. M. G. Coronado y S. V. Pérez, «Evaluación del proceso de recuperación de litio y cobalto presentes en baterías gastadas de ion-li de vehículos eléctricos e híbridos por medio de un proceso de lixiviación ácida», 2019, [En línea]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/20.500.11839/7410>
- [16] G. C. Luzendu, F. Engström, J. Kero, y C. Samuelsson, «RECOVERY OF LITHIUM FROM SPENT LITHIUM ION BATTERIES», ago. 2016.

- [17] «Rendimiento de las reacciones químicas», StudyMaster. [En línea]. Disponible en: <https://www.studysmarter.es/resumenes/quimica/la-quimica-y-sus-calculos/rendimiento-de-las-reacciones-quimicas/>
- [18] SEMARNAT, «NOM-001-SEMARNAT- 1996, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales». 1996. [En línea]. Disponible en: https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/110519/NOM_001_SEMARNAT_1996.pdf
- [19] Secretaría de Salud, «NOM-127-SSA1-1994, Salud ambiental, agua para uso y consumo humano-Límites permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización». 1994. [En línea]. Disponible en: https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/110534/NOM_127_SSA1_1994.pdf
- [20] M. del C. Espinosa Lloréns, Y. León Hernández, y X. Rodríguez Petit, «Problemática de la determinación de especies nitrogenadas (nitrógeno total y amoniacal) en aguas residuales», *Revista CENIC*, vol. 44, pp. 1-12, 2013.
- [21] R. Sette Ramalho, *Tratamiento de aguas residuales*. Reverte, 2021. [En línea]. Disponible en: https://books.google.com.mx/books?hl=es&lr=&id=T9MfEAAAQBAJ&oi=fnd&pg=PR5&dq=tratamiento+aguas+residuales&ots=3jMUoq6mub&sig=cTcnYxa0QLRvy-Fp70x7J66dfqU&redir_esc=y#v=onepage&q=tratamiento%20aguas%20residuales&f=false
- [22] PRODUCTOS OPPAC, S.A, «Ácido Sulfúrico». Hoja de seguridad, 2012.
- [23] «Ácido Clorhídrico». Hoja de seguridad.
- [24] Subex Limited, «Corpus», SUBEX. [En línea]. Disponible en: <https://www.subex.com/article/corpus/#:~:text=Un%20corpus%20es%20una%20colecci%C3%B3n,nativo%20del%20idioma%20o%20dialecto.>
- [25] I. Belcic y C. Stryker, «¿Qué es el aprendizaje supervisado?», IBM. [En línea]. Disponible en: <https://www.ibm.com/es-es/think/topics/supervised-learning#:~:text=Detecci%C3%B3n%20de%20spam:%20la%20detecci%C3%B3n,no%20relacionada%20con%20el%20spam.>
- [26] M.-M. Wang, C.-C. Zhang, y F.-S. Zhang, «Recycling of spent lithium-ion battery with polyvinyl chloride by mechanochemical process», *Waste Management*, vol. 67, pp. 232-239, sep. 2017, doi: 10.1016/j.wasman.2017.05.013.
- [27] S. S. Macedo, «Lixiviación de metales de las baterías recargables de ion litio», Universidad Politécnica de Catalunya, Manresa, 2022. [En línea]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/2117/370679>
- [28] S. Y. Tshipeng, A. TshamalaKaniki, y M.-B. Kime, «Effects of the Addition Points of Reducing Agents on the Extraction of Copper and Cobalt from Oxidized Copper–Cobalt Ores», *J. Sustain. Metall.*, vol. 3, n.º 4, pp. 823-828, dic. 2017, doi: 10.1007/s40831-017-0149-x.
- [29] Z. Takacova, T. Havlik, F. Kukurugya, y D. Orac, «Cobalt and lithium recovery from active mass of spent Li-ion batteries: Theoretical and experimental approach», *Hydrometallurgy*, vol. 163, pp. 9-17, ago. 2016, doi: 10.1016/j.hydromet.2016.03.007.
- [30] L. Li, J. Ge, F. Wu, R. Chen, S. Chen, y B. Wu, «Recovery of cobalt and lithium from spent lithium ion batteries using organic citric acid as leachant», *Journal of Hazardous Materials*, vol. 176, n.º 1-3, pp. 288-293, abr. 2010, doi: 10.1016/j.jhazmat.2009.11.026.

- [31] G. Dorella y M. B. Mansur, «A study of the separation of cobalt from spent Li-ion battery residues», *Journal of Power Sources*, vol. 170, n.º 1, pp. 210-215, jun. 2007, doi: 10.1016/j.jpowsour.2007.04.025.
- [32] M. Contestabile, S. Panero, y B. Scrosati, «A laboratory-scale lithium-ion battery recycling process», *Journal of Power Sources*, vol. 92, n.º 1-2, pp. 65-69, ene. 2001, doi: 10.1016/S0378-7753(00)00523-1.
- [33] D. P. Mantuano, G. Dorella, R. C. A. Elias, y M. B. Mansur, «Analysis of a hydrometallurgical route to recover base metals from spent rechargeable batteries by liquid-liquid extraction with Cyanex 272», *Journal of Power Sources*, vol. 159, n.º 2, pp. 1510-1518, sep. 2006, doi: 10.1016/j.jpowsour.2005.12.056.
- [34] P. Zhang, T. Yokoyama, O. Itabashi, T. M. Suzuki, y K. Inoue, «Hydrometallurgical process for recovery of metal values from spent lithium-ion secondary batteries», *Hydrometallurgy*, vol. 47, n.º 2-3, pp. 259-271, ene. 1998, doi: 10.1016/S0304-386X(97)00050-9.
- [35] S. M. Shin, N. H. Kim, J. S. Sohn, D. H. Yang, y Y. H. Kim, «Development of a metal recovery process from Li-ion battery wastes», *Hydrometallurgy*, vol. 79, n.º 3-4, pp. 172-181, oct. 2005, doi: 10.1016/j.hydromet.2005.06.004.
- [36] J. Nan, D. Han, y X. Zuo, «Recovery of metal values from spent lithium-ion batteries with chemical deposition and solvent extraction», *Journal of Power Sources*, vol. 152, pp. 278-284, dic. 2005, doi: 10.1016/j.jpowsour.2005.03.134.
- [37] J. F. Paulino, N. G. Busnardo, y J. C. Afonso, «Recovery of valuable elements from spent Li-batteries», *Journal of Hazardous Materials*, vol. 150, n.º 3, pp. 843-849, feb. 2008, doi: 10.1016/j.jhazmat.2007.10.048.
- [38] C. K. Lee y K.-I. Rhee, «Reductive leaching of cathodic active materials from lithium ion battery wastes», *Hydrometallurgy*, vol. 68, n.º 1-3, pp. 5-10, feb. 2003, doi: 10.1016/S0304-386X(02)00167-6.
- [39] J. F. Paulino, N. G. Busnardo, y J. C. Afonso, «Recovery of valuable elements from spent Li-batteries», *Journal of Hazardous Materials*, vol. 150, n.º 3, pp. 843-849, feb. 2008, doi: 10.1016/j.jhazmat.2007.10.048.
- [40] I. Vassura, L. Morselli, E. Bernardi, y F. Passarini, «Chemical characterisation of spent rechargeable batteries», *Waste Management*, vol. 29, n.º 8, pp. 2332-2335, ago. 2009, doi: 10.1016/j.wasman.2009.03.033.
- [41] J. Kang, J. Sohn, H. Chang, G. Senanayake, y S. M. Shin, «Preparation of cobalt oxide from concentrated cathode material of spent lithium ion batteries by hydrometallurgical method», *Advanced Powder Technology*, vol. 21, n.º 2, pp. 175-179, mar. 2010, doi: 10.1016/j.appt.2009.10.015.
- [42] S. Alessandrini, E. Rizzuto, y Z. Del Prete, «Characterizing different types of lithium ion cells with an automated measurement system», *Journal of Energy Storage*, vol. 7, pp. 244-251, ago. 2016, doi: 10.1016/j.est.2016.07.004.
- [43] X. Chen, W. Shen, T. T. Vo, Z. Cao, y A. Kapoor, «An overview of lithium-ion batteries for electric vehicles», en *2012 10th International Power & Energy Conference (IPEC)*, Ho Chi Minh City: IEEE, nov. 2012, pp. 230-235. doi: 10.1109/ASSCC.2012.6523269.
- [44] J. C.-Y. Jung, P.-C. Sui, y J. Zhang, «A review of recycling spent lithium-ion battery cathode materials using hydrometallurgical treatments», *Journal of Energy Storage*, vol. 35, p. 21, mar. 2021, doi: 10.1016/j.est.2020.102217.

- [45] X. Chen, Y. Chen, T. Zhou, D. Liu, H. Hu, y S. Fan, «Hydrometallurgical recovery of metal values from sulfuric acid leaching liquor of spent lithium-ion batteries», *Waste Management*, vol. 38, pp. 349-356, abr. 2015, doi: 10.1016/j.wasman.2014.12.023.
- [46] N. Vieceli, R. Casasola, G. Lombardo, B. Ebin, y M. Petranikova, «Hydrometallurgical recycling of EV lithium-ion batteries: Effects of incineration on the leaching efficiency of metals using sulfuric acid», *Waste Management*, vol. 125, pp. 192-203, abr. 2021, doi: 10.1016/j.wasman.2021.02.039.
- [47] X. Fan *et al.*, «Separation and recovery of valuable metals from spent lithium-ion batteries via concentrated sulfuric acid leaching and regeneration of $\text{LiNi}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$ », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 863, p. 10, may 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2021.158775.
- [48] D. Chen, S. Rao, D. Wang, H. Cao, W. Xie, y Z. Liu, «Synergistic leaching of valuable metals from spent Li-ion batteries using sulfuric acid- l-ascorbic acid system», *Chemical Engineering Journal*, vol. 388, p. 10, may 2020, doi: 10.1016/j.cej.2020.124321.
- [49] D. A. Revelo Vargas, E. D. Pérez Rodríguez, y M. D. Maya Rosero, «Evaluación de la capacidad de absorción selectiva de cáscaras de huevo ante compuestos azufrados para purificación de agua potable», *RC*, vol. 23, n.º 2, jul. 2020, doi: 10.25100/rc.v23i2.8423.
- [50] J. I. Criollo Criollo, «Investigación de la remoción de sulfatos en aguas residuales de la industria textil por métodos físico-químicos.», UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO USFQ, Quito, 2020. [En línea]. Disponible en: <http://repositorio.usfq.edu.ec/handle/23000/9280>
- [51] «Chlorella», Green Mineral Inc. [En línea]. Disponible en: <https://www.green-mineral.com/technology/>
- [52] R. S. Saavedra Concha, «Biorremediación de aguas con metales pesados mediante biomasa microalgal», Universidad de Valladolid, 2020. doi: 10.35376/10324/42745.
- [53] S. Dwivedi, «Bioremediation of Heavy Metal by Algae: Current and Future Perspective», 2012, vol. 3, n.º 3, p. 5, jul. 2012.
- [54] F. Fu y Q. Wang, «Removal of heavy metal ions from wastewaters: A review», *Journal of Environmental Management*, vol. 92, n.º 3, pp. 407-418, mar. 2011, doi: 10.1016/j.jenvman.2010.11.011.
- [55] «Apiratikul Batch and column studies of biosorption of heavy metals.pdf».
- [56] M. S. Rodrigues, L. S. Ferreira, J. C. M. D. Carvalho, A. Lodi, E. Finocchio, y A. Converti, «Metal biosorption onto dry biomass of *Arthrospira* (Spirulina) platensis and *Chlorella vulgaris*: Multi-metal systems», *Journal of Hazardous Materials*, vol. 217-218, pp. 246-255, may 2012, doi: 10.1016/j.jhazmat.2012.03.022.
- [57] K. Suresh Kumar, H.-U. Dahms, E.-J. Won, J.-S. Lee, y K.-H. Shin, «Microalgae – A promising tool for heavy metal remediation», *Ecotoxicology and Environmental Safety*, vol. 113, pp. 329-352, mar. 2015, doi: 10.1016/j.ecoenv.2014.12.019.
- [58] J. Ilbo, «Uso de microalgas en el reciclaje de baterías usadas: un camino hacia la ecología sostenible y la viabilidad económica», Cision PR Newswire. [En línea]. Disponible en: <https://www.prnewswire.com/news-releases/uso-de-microalgas-en-el-reciclaje-de-baterias-usadas-un-camino-hacia-la-ecologia-sostenible-y-la-viabilidad-economica-819151571.html>
- [59] Secretaría de Economía, «NMX-AA-074-SCFI-2014 análisis de agua – medición del ion sulfato en aguas naturales, residuales y residuales tratadas – método de prueba».

2014. [En línea]. Disponible en: <https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/166149/nmx-aa-074-scfi-2014.pdf>
- [60] Secretaría de Economía, «NMX-AA-073-SCFI-2001 determinación de cloruros totales en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - método de prueba». 2001. [En línea]. Disponible en: <https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/166789/NMX-AA-073-SCFI-2001.pdf>
- [61] G. Zubi, R. Dufo-López, M. Carvalho, y G. Pasaoglu, «The lithium-ion battery: State of the art and future perspectives», *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 89, pp. 292-308, jun. 2018, doi: 10.1016/j.rser.2018.03.002.
- [62] U. Anders y J. A. Plambeck, «Electrochemistry of Fused Lithium Perchlorate», *J. Electrochem. Soc.*, vol. 115, n.º 6, p. 598, 1968, doi: 10.1149/1.2411355.
- [63] University of Cambridge, «Procedure on handling and using Piranha solution», Department of Chemistry.

Anexo A

Marco legal ambiental

Ley General del Equilibrio Ecológico y Protección al Ambiente

ARTÍCULO 92.- Con el propósito de asegurar la disponibilidad del agua y abatir los niveles de desperdicio, las autoridades competentes promoverán el ahorro y uso eficiente del agua, el tratamiento de aguas residuales y su reuso.

Artículo reformado DOF 13-12-1996

ARTÍCULO 121.- No podrán descargarse o infiltrarse en cualquier cuerpo o corriente de agua o en el suelo o subsuelo, aguas residuales que contengan contaminantes, sin previo tratamiento y el permiso o autorización de la autoridad federal, o de la autoridad local en los casos de descargas en aguas de jurisdicción local o a los sistemas de drenaje y alcantarillado de los centros de población.

ARTÍCULO 122.- Las aguas residuales provenientes de usos públicos urbanos y las de usos industriales o agropecuarios que se descarguen en los sistemas de drenaje y alcantarillado de las poblaciones o en las cuencas ríos, cauces, vasos y demás depósitos o corrientes de agua, así como las que por cualquier medio se infiltren en el subsuelo, y en general, las que se derramen en los suelos, deberán reunir las condiciones necesarias para prevenir;

Párrafo reformado DOF 13-12-1996

- I. Contaminación de los cuerpos receptores;
- II. Interferencias en los procesos de depuración de las aguas; y
- III. Trastornos, impedimentos o alteraciones en los correctos aprovechamientos, o en el funcionamiento adecuado de los sistemas, y en la capacidad hidráulica en las cuencas,

cauces, vasos, mantos acuíferos y demás depósitos de propiedad nacional, así como de los sistemas de alcantarillado.

Ley de Aguas Nacionales

ARTÍCULO 1. La presente Ley es reglamentaria del Artículo 27 de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos en materia de aguas nacionales; es de observancia general en todo el territorio nacional, sus disposiciones son de orden público e interés social y tiene por objeto regular la explotación, uso o aprovechamiento de dichas aguas, su distribución y control, así como la preservación de su cantidad y calidad para lograr su desarrollo integral sustentable.

ARTÍCULO 96 BIS 1. Las personas físicas o morales que descarguen aguas residuales, en violación a las disposiciones legales aplicables, y que causen contaminación en un cuerpo receptor, asumirán la responsabilidad de reparar o compensar el daño ambiental causado en términos de la Ley de Aguas Nacionales y su Reglamento, sin perjuicio de la aplicación de las sanciones administrativas, penales o civiles que procedan, mediante la remoción de los contaminantes del cuerpo receptor afectado y restituirlo al estado que guardaba antes de producirse el daño.

Párrafo reformado DOF 07-06-2013

ARTICULO 118 BIS 2. En caso de existir riesgo inminente, daño, deterioro a la salud, a las aguas nacionales, a los bienes a que se refiere el artículo 113 de esta ley, a la biodiversidad o a los ecosistemas vinculados con el agua, la autoridad del agua o la Procuraduría en el ámbito de sus respectivas competencias, podrán realizar de manera inmediata alguna o algunas de las siguientes medidas:

- I. Clausura temporal del aprovechamiento de aguas nacionales.
- II. Suspensión de las actividades que dan origen al proceso generador de las descargas de aguas residuales.

- III. Promover ante las autoridades de protección civil y seguridad pública de los gobiernos Federal, de los estados, del Distrito Federal y de los municipios, la adopción de medidas urgentes incluidas el aseguramiento de bienes, remoción o demolición de infraestructura, con el objeto de proteger la vida y los bienes de las personas.

Las medidas establecidas en las fracciones I y II se mantendrán hasta el momento en que cesen las condiciones que dieron motivo al establecimiento de las mismas.

Artículo adicionado DOF 08-06-2012

Anexo B

Código en Python: curva de caracterización y concentración de litio

```
1 import numpy as np
2 import matplotlib.pyplot as plt
3 from sklearn.preprocessing import PolynomialFeatures
4 from sklearn.linear_model import LinearRegression
5 from sklearn.metrics import r2_score

6 # Datos originales
7 X = np.array([0.00313, 0.00625, 0.0125, 0.025, 0.05, 0.1,
8               0.2, 0.4, 0.8, 1]).reshape(-1, 1)
9 Y = np.array([8.0928E-5, 5.3197E-5, 5.3197E-5, -2.4335E-4, -
10               3.9615E-4, -6.6355E-4, -0.0013, -0.0015, -0.00154, -0.00151])

11 # Crear características polinómicas
12 grado_polinomio = 5 # Puedes cambiar este valor a 3, 4, etc.
13                       # para aumentar el grado del polinomio
14 poly = PolynomialFeatures(degree=grado_polinomio)
15 X_poly = poly.fit_transform(X)

16 # Crear y entrenar el modelo de regresión polinómica
17 model = LinearRegression()
18 model.fit(X_poly, Y)

19 # Predecir valores Y utilizando el modelo polinómico
20 Y_pred = model.predict(X_poly)

21 # Calcular el error cuadrático  $R^2$ 
22 r2 = r2_score(Y, Y_pred)

23 # Graficar los datos y la curva de regresión polinómica
24 plt.scatter(X, Y, color='blue', label='Corriente')
25 plt.plot(X, Y_pred, color='red', label=f'Modelo de
26         regresión')
27 plt.xlabel('Concentracion (M)')
28 plt.ylabel('Corriente (A)')
29 plt.title('Curva de calibración de Litio')
30 plt.legend()
31 plt.show()

32 # Imprimir la ecuación del polinomio y el  $R^2$ 
33 coeficientes = model.coef_
34 intercepto = model.intercept_
```

```

31 print(f'Ecuacion del polinomio: Y = {" + ".join([f"{coef} * X^{i}" for i, coef in enumerate(coeficientes)])} + {intercepto}')
32 print(f'Error cuadratico R^2: {r2}')

33 # Funcion para predecir la concentracion dado un valor de corriente
34 def predecir_concentracion(corriente):
35 # Esta funcion necesita resolver la ecuacion polinomica inversa
36 # Aqui se utiliza un método numerico para encontrar la raiz de la ecuacion polinomica
37 from scipy.optimize import fsolve
38 def polinomio_inverso(X):
    a. return sum(coef * X**i for i, coef in enumerate(coeficientes)) + intercepto - corriente
39 return fsolve(polinomio_inverso, 0)[0]

40 # Ejemplo de prediccion
41 corriente_nueva = float(input('Ingresa el valor de X:'))

42 concentracion_predicha = predecir_concentracion(corriente_nueva)
43 print(f'La concentracion es: {concentracion_predicha}')

```

Anexo C

Código en Python: clasificadores de aprendizaje supervisado para predicción usando corpus de datos

Módulo Graficar

```
1 import pandas as pd
2 from sklearn.model_selection import train_test_split
3 from sklearn.preprocessing import MinMaxScaler
4 from sklearn.linear_model import LogisticRegression
5 from sklearn.tree import DecisionTreeClassifier
6 from sklearn.neighbors import KNeighborsClassifier
7 from sklearn.discriminant_analysis import
  LinearDiscriminantAnalysis
8 from sklearn.naive_bayes import GaussianNB
9 from sklearn.svm import SVC
10 from sklearn.impute import SimpleImputer
11 from sklearn.ensemble import HistGradientBoostingClassifier
12 import numpy as np

13 class MisGraficas:
14 pass
15 def __init__(self):
16     self.data=None

17 def read_csv_espacios(self, path):
18     self.read_csv(path, " ")

19 def read_csv_tab(self, path):
20     self.read_csv(path, "\t")

21 def read_csv(self, path, delimiter):
22     self.data=pd.read_csv(path, delimiter=delimiter)

23 class ProcesadorDatos:
24 def __init__(self, data, atributo, feature_names):
25     self.data=data
26     self.atributo = atributo
27     self.feature_names = feature_names
28     self.X = None
29     self.y = None

27 def dividir(self):
28     self.X = self.data[self.feature_names]
```



```

29 self.y = self.data[self.atributo]
30 self.X_train, self.X_test, self.y_train, self.y_test =
    train_test_split(
        1 self.X, self.y, random_state=0
31 )

32 class Clasificador:
33 pass
34 def __init__(self):
35     self.data=None
36     self.X_train_normalizado = None
37     self.X_test_normalizado = None
38     self.y_train = None
39     self.y_test = None
40     self.imputer_X = SimpleImputer(strategy="mean")
41     self.imputer_y = SimpleImputer(strategy="most_frequent")
42     self.modelo = None
43     self.modelo = None # Almacenar el modelo seleccionado
44     self.scaler = None # Almacenar escalador para normalizar
        datos

45 def normalizar(self, X_train, X_test, y_train, y_test):
46     # Imputar valores faltantes en X
47     X_train = self.imputer_X.fit_transform(X_train)
48     X_test = self.imputer_X.transform(X_test)

49     # Convertir y_train e y_test a arrays de numpy antes de
        reshape
50     y_train_array = y_train.values if hasattr(y_train,
        'values') else np.array(y_train)
51     y_test_array = y_test.values if hasattr(y_test,
        'values') else np.array(y_test)

52     # Imputar valores faltantes en y
53     y_train_imputed =
        self.imputer_y.fit_transform(y_train_array.reshape(-1,
        1)).ravel()
54     y_test_imputed =
        self.imputer_y.transform(y_test_array.reshape(-1,
        1)).ravel()

55     # Normalizar X
56     self.scaler = MinMaxScaler()
57     self.X_train_normalizado =
        self.scaler.fit_transform(X_train)
58     self.X_test_normalizado = self.scaler.transform(X_test)
59     self.y_train = y_train_imputed
60     self.y_test = y_test_imputed

```

```

61 def clasificar(self, algoritmo):
62     if "Regression" in algoritmo:
63         logreg = LogisticRegression()
64         logreg.fit(self.X_train_normalizado,
65                     self.y_train)
66         self.modelo = logreg
67         print('Accuracy of Logistic regression classifier
68               on training set: {:.2f}'
69               a. .format(logreg.score(self.X_train_normali
70                                     lizado, self.y_train)))
68         print('Accuracy of Logistic regression classifier
69               on test set: {:.2f}'
70               a. .format(logreg.score(self.X_test_normal
71                                     izado, self.y_test)))
69         print()

70     elif "DecisionTree" in algoritmo:
71         clf =
72             DecisionTreeClassifier().fit(self.X_train_normali
73             zado, self.y_train)
72         clf.fit(self.X_train_normalizado, self.y_train)
73         self.modelo = clf
74         print('Accuracy of Decision Tree classifier on
75               training set: {:.2f}'
76               a. .format(clf.score(self.X_train_normaliz
77                                     ado, self.y_train)))
75         print('Accuracy of Decision Tree classifier on
76               test set: {:.2f}'
77               a. .format(clf.score(self.X_test_normaliza
78                                     do, self.y_test)))
76         print()

77     elif "KNeighbors" in algoritmo:
78         knn = KNeighborsClassifier()
79         knn.fit(self.X_train_normalizado, self.y_train)
80         knn.fit(self.X_train_normalizado, self.y_train)
81         self.modelo = knn
82         print('Accuracy of K-NN classifier on training
83               set: {:.2f}'
84               a. .format(knn.score(self.X_train_normaliz
85                                     ado, self.y_train)))
83         print('Accuracy of K-NN classifier on test set:
84               {:.2f}'
85               a. .format(knn.score(self.X_test_normaliza
86                                     do, self.y_test)))
84         print()

85     elif "LinearDiscriminant" in algoritmo:

```

```

86 lda = LinearDiscriminantAnalysis()
87 lda.fit(self.X_train_normalizado, self.y_train)
88 lda.fit(self.X_train_normalizado, self.y_train)
89 self.modelo = lda
90 print('Accuracy of LDA classifier on training
      set: {:.2f}'
      a. .format(lda.score(self.X_train_normaliz
        ado, self.y_train)))
91 print('Accuracy of LDA classifier on test set:
      {:.2f}'
      a. .format(lda.score(self.X_test_normaliza
        do, self.y_test)))
92 print()

93 elif "Gaussian" in algoritmo:
94 gnb = GaussianNB()
95 gnb.fit(self.X_train_normalizado, self.y_train)
96 gnb.fit(self.X_train_normalizado, self.y_train)
97 self.modelo = gnb
98 print('Accuracy of GNB classifier on training
      set: {:.2f}'
      a. .format(gnb.score(self.X_train_normaliz
        ado, self.y_train)))
99 print('Accuracy of GNB classifier on test set:
      {:.2f}'
      a. .format(gnb.score(self.X_test_normaliza
        do, self.y_test)))
100 print()

101 elif "SVM" in algoritmo:
102 svm = SVC()
103 svm.fit(self.X_train_normalizado,
      self.y_train)
104 self.modelo = svm
105 self.scaler = MinMaxScaler()
106 print('Accuracy of SVM classifier on training
      set: {:.2f}'
      a. .format(svm.score(self.X_train_normaliz
        ado, self.y_train)))
107 print('Accuracy of SVM classifier on test
      set: {:.2f}'
      a. .format(svm.score(self.X_test_normaliza
        do, self.y_test)))
108 print()

109 class Predictor:
110 def __init__(self, clasificador, features, discretizer,
      y_imputer):
111     self.clasificador = clasificador
112     self.features = features

```

```

113     self.discretizer = discretizer
114     self.y_imputer = y_imputer

115     def ingresar_datos_manual(self):
116         print("\nIngrese los valores para clasificacion
(deje vacio para NaN):")
117         datos = {}

118         for feature in self.features:
119             1 valor = input(f"{feature}: ")
120             2 datos[feature] = [float(valor) if valor else
np.nan]

119     return pd.DataFrame(datos)

120     def predecir_nuevos_datos(self, nuevos_datos):
121         # Normalizar los nuevos datos como se hizo con los
datos de entrenamiento
122         nuevos_datos_imputados =
self.clasificador.imputer_X.transform(nuevos_datos)
123         nuevos_datos_normalizados =
self.clasificador.scaler.transform(nuevos_datos_imputado
s)

124         # Predecir la categoria
125         categoria_predicha =
self.clasificador.modelo.predict(nuevos_datos_normalizad
os)

126         # Convertir la categoria predicha a un valor real
(inversa de la discretizacion)
127         # Primero necesitamos la forma correcta (2D array)
128         categoria_2d =
np.array(categoria_predicha).reshape(-1, 1)

129         # Invertir la discretizacion (esto dara el centro
del bin)
130         valor_real =
self.discretizer.inverse_transform(categoria_2d)

131         return valor_real.flatten()[0] # Devuelve el valor
real estimado

```

Módulo Proyecto

```

1 from Graficar import MisGraficas
2 from Graficar import ProcesadorDatos
3 from Graficar import Clasificador
4 from Graficar import Predictor
5 from sklearn.impute import SimpleImputer

```

```

6 from sklearn.preprocessing import KBinsDiscretizer
7 import numpy as np
8 import matplotlib.pyplot as plt
9 import seaborn as sns

10 # Acceder al entorno de clases y definiciones
11 mg = MisGraficas()

12 # Lectura del archivo
13 mg.read_csv_tab("C:/Users/dkim1/Desktop/corpus.csv")

14 # Asignacion de atributos y clase
15 feature_names = ['relacion_sl', 'tiempo', 'temperatura',
16                  'conc_acido', 'conc_hidrox', 'agitacion', 'ph_agua',
17                  'acidez', 'solidos', 'sulfatos']
18 clase = 'litio'

19 # Analisis de correlacion de datos para saber la importancia
20 # de cada atributo en el dataset. Variables con correlacion
21 # >.90 son redundantes, por lo que se pueden eliminar.
22 correlation = mg.data[feature_names +
23                       [clase]].corr()[clase].sort_values(ascending=False)
24 print("Correlacion con", clase, ":\n", correlation)

25 corr_matrix = mg.data[feature_names].corr()
26 sns.heatmap(corr_matrix, annot=True, cmap='coolwarm')
27 plt.title("Correlacion entre features")
28 plt.show()

29 procesador = ProcesadorDatos(mg.data, clase , feature_names)

30 # Division de los datos en conjuntos de entrenamiento y
31 # prueba
32 procesador.dividir()
33 X_train = procesador.X_train
34 X_test = procesador.X_test
35 y_train = procesador.y_train
36 y_test = procesador.y_test

37 #Pre procesamiento de datos faltantes
38 def discretizar_etiquetas(y, n_bins=3):
39     y_array = np.array(y).reshape(-1, 1)
40     imputer = SimpleImputer(strategy='mean')
41     y_imputado = imputer.fit_transform(y_array)

42     discretizer = KBinsDiscretizer(n_bins=n_bins,
43                                   encode='ordinal', strategy='uniform')
44     y_discretizado =
45         discretizer.fit_transform(y_imputado).ravel()

```

```

38 return y_discretizado, discretizer, imputer # Devuelve
    tambien los objetos para inversión

39 #Convertir y_train y y_test si son continuos y tienen valores
    NaN
40 y_train_discreto, discretizer, y_imputer =
    discretizar_etiquetas(y_train)
41 y_test_discreto =
    discretizer.transform(y_imputer.transform(np.array(y_test).re
    shape(-1, 1))).ravel()

42 # Normalizacion de datos y ejecucion del algoritmo
    clasificador
43 mg = Clasificador()
44 mg.normalizar(X_train, X_test, y_train_discreto,
    y_test_discreto)

45 # Eleccion del algoritmo de prediccion a usar
46 mg.clasificar("KNeighbors")

47 predictor = Predictor(mg, feature_names, discretizer,
    y_imputer)

48 nuevos_datos = predictor.ingresar_datos_manual()
49 predicciones = predictor.predecir_nuevos_datos(nuevos_datos)
50 print(f"\nValor estimado de {clase}: {predicciones:.2f}")

```

Anexo D

Corpus de datos: estructura y datos

Muestra	Relación S/L	Tiempo	Temperatura	Concentración de ácido	Concentración de catalizador	Agitación	% Litio	pH	Acidez	TDS	Sulfatos
1	33	30	76.6666667	4	30	0	84.6504717	1.37	470	393	100
2	33	60	102	4	30	0	23.0065869	2.59	180	655	100
3	33	60	100.8333333	4	30	300	88.6234597	1.37	190	752	100
4	33	60	104.6666667	4	30	300	23.663454	2.27	780	972	100
5	33	30	77	2	20	300	88.0693976	3.02	150	514	100
6	33	30	83.6666667	2	20	0	66.7590955	2.44	910	137	100
7	33	60	80.3333333	1	30	300	20.3106028	4.97	80	397	100
8	25	60	24	18.75	50	0	40.0846355	2.44	910	137	45
9	120	30	78.6666667	2	2	300	12.9791955	4.84	475	184	45
10	30	30	78.8333333	2	2	300	98.239691	2	400	184	45
11	30	60	81.6666667	2	6	300	27.1887717	5.33	500	184	85
12	50	30	65.3333333	3	5	300	14.2438547	3	900	145	100
13	50	60	63	3	5	300	13.9010492	3	900	145	100
14	60	60	60	1.5	2	300	14.4162785	5	900	145	100
15	30	60	68	2	2	300	25.7647237	5	900	145	100
16	33	30	80.6666667	4	30	0	84.5	1	470	391	100
17	33	60	67.5333333	4	30	0	23	2.5	180	655	100
18	33	60	67.5333333	4	30	300	88.2	2.5	180	655	100
19	33	60	90.3333333	4	30	0	23.3	2.27	780	972	100
20	33	30	83.6666667	2	20	0	88.9	3.02	150	514	100
21	33	30	92.6666667	2	20	0	66.5	2.4	910	137	100

22	33	60	93.3333333	1	30	0	20.6	4.9	80	397	100
23	33	30	94.3333333	2	20	0	66.75	2.44	910	137	100
24	30	30	80	2	2	300	99.999999	2	400	184	45
25	30	60	90	2	6	300	52.6	3	500	184	85
26	50	30	70	3	5	300	14.2438547	3	900	145	100
27	50	60	70	3	5	300	13.9010492	3	900	145	100
L1	120	60	80	2	0	0	29.6				
L1	120	60	80	4	0	0	54.4				
L1	120	60	80	8	0	0	62.4				
L1	120	60	80	16	0	0	80				
L1	120	60	80	18.4	0	0	99.4				
L2	50	10	50	0.5	0	300	80				
L2	50	10	50	1	0	300	90				
L2	50	10	50	1.5	0	300	96				
L2	50	10	50	2.5	0	300	95				
L2	50	30	50	0.5	0	300	90				
L2	50	30	50	1	0	300	92				
L2	50	30	50	1.5	0	300	88				
L2	50	30	50	0.5	0	300	82				
L2	50	30	50	1	0	300	96				
L2	50	30	50	1.5	0	300	98				
L2	50	30	50	2.5	0	300	100				
L2	5	180	85	3.5	0	0	84				
L2	10	120	25	2	0	0	93				
L2	10	30	90	4	0	0	90				
L2	10	30	90	4	0	0	93				
L2	10	30	80	2.25	0	0	100				
L3	15	60	59.85	0.5	0	300	70				
L3	15	60	59.85	1	0	300	80				

L3	15	60	59.85	1.25	0	300	83				
L3	15	60	59.85	1.5	0	300	100				
L3	15	60	59.85	1.75	0	300	100				
L3	5	60	59.85	1.5	0	300	57				
L3	10	60	59.85	1.5	0	300	89				
L3	15	60	59.85	1.5	0	300	99				
L3	20	60	59.85	1.5	0	300	99				
L3	25	60	59.85	1.5	0	300	99				
L4			80	2	5	0	99				
L4			70	3	0	0	98				
L4			85	4	10	0	96				
L4			60	2	6	0	99				
L4			75	2	15	0	100				
L4			60	2	2	0	88				
L4			75	2	5	0	94				
L4			70	3	3	0	100				
L4			70	2	10	0					
L4			80	3	3	0	98				
L4		240	85	0.28	0	0	98.46				
L4	100	240	60	2.5	0	0	97				
L4			80	2	0	0					
L4		120	60	0.3	0	0					
L4			60	4	2	0					
L4	100	120	80		0	0	92				
L5	20	60	80	2	2	0	81				
L6	10	60	70	2	40	0	59.7				
L6	10	30	70	2	4	0	35				
L6	10	80	70	2	4	0	75				
L6	10	100	70	2	4	0	89				

L6	10	140	70	2	4	0	99				
L6	10	160	70	2	4	0	99				
L6	10	200	70	2	4	0	99				
L7	10	120	70	1	4	0	25				
L7	10	120	70	2	4	0	99				
L7	10	120	70	3	4	0	98				
L7	10	120	70	4	4	0	96				
L8	100	120	85	4	10	0	96				
L8	40	60	40	1	1	0	97				
L8	50	10	75	2	15	0	100				
L9	100	70	20	2	50	0	95				
L9	100	70	40	2	50	0	95				
L9	100	70	60	2	50	0	98				
L9	100	70	70	2	50	0	99				
L9	100	70	59	2	0	0	96				
L9	100	70	59	2	25	0	97				
L9	100	70	59	2	50	0	97				
L9	100	70	59	2	75	0	98				
L9	100	70	59	2	100	0	98				
L9	100	70	59	1	50	0	96				
L9	100	70	59	2	50	0	95				
L9	100	70	59	3	50	0	97				
L9	100	70	59	4	50	0	97				
L10	50	60	80	2	5	0	99				
L10	100	120	85	4	10	0	96				
L10	100	60	75	2	5	0	99.1				
L10	20	240	95	1	0	0	96.7				
L10	50	240	95	1	0	0	93.4				
L10	30	60	24	0.5	0	400	68				

L10	30	60	24	1	0	400	73				
L10	30	60	24	1.5	0	400	73.5				
L10	30	60	24	2	0	400	73.5				
L10	30	60	24	2.5	0	400	74				
L10	30	60	20	1	0	400	68				
L10	30	60	40	1	0	400	80				
L10	30	60	60	1	0	400	85				
L10	30	60	80	1	0	400	93				
L10	30	60	90	1	0	400	95				
L10	30	60	40	1	0	400	80				
L10	30	60	40	1	0.25	400	93				
L10	30	60	40	1	0.5	400	97				
L10	30	60	40	1	0.75	400	100				
L10	30	60	40	1	1	400	100				
L10	40	60	40	1	1	400	100				
L10	80	60	40	1	1	400	96				
L10	100	60	40	1	1	400	72				
L10	200	60	40	1	1	400	38				
L11	10		50	2	0	0					
L11	30			5	2	0					
L11	50			8	4	0					
L12		60	80	4		0					
L13	100	30	75	2	0	300	75				
L13	100	30	75	2	2	300	77				
L13	100	30	75	2	5	300	93				
L13	100	30	75	2	10	300	95				
L13	100	30	75	2	15	300	95				
L13	100	30	75	2	20	300	98				
L13	100	30	75	2	25	300	100				

L13	100	30	27	2	5	300	84				
L13	100	30	45	2	5	300	90				
L13	100	30	60	2	5	300	92				
L13	100	30	75	2	5	300	93				
L13	100	30	90	2	5	300	95				
L13	100	30	75	0.5	5	300	46				
L13	100	30	75	1	5	300	72				
L13	100	30	75	2	5	300	93				
L13	100	30	75	3	5	300	95				
L13	100	30	75	4	5	300	95				
L13	25	30	75	2	5	300	100				
L13	50	30	75	2	5	300	98				
L13	75	30	75	2	5	300	96				
L13	100	30	75	2	5	300	94				
L13	125	30	75	2	5	300	90				
L14	50	10	75	2	0	300	75				
L14	50	20	75	2	0	300	77				
L14	50	30	75	2	0	300	78				
L14	50	70	75	2	0	300	80				
L14	50	15	75	2	10	300	97				
L14	50	20	75	2	10	300	98				
L14	50	30	75	2	10	300	98				
L14	50	70	75	2	10	300	100				
L14	50	5	75	2	15	300	92				
L14	50	10	75	2	15	300	100				
L14	50	20	75	2	15	300	100				
L14	50	70	75	2	15	300	100				
L14	50	15	75	2	20	300	100				
L14	50	70	75	2	20	300	100				

L14	50	10	75	2	20	300	100				
L14	50	60	75	2	20	300	100				
L14	100	10	75	2	20	300	80				
L14	100	20	75	2	20	300	81				
L14	100	30	75	2	20	300	84				
L14	100	60	75	2	20	300	84				
L14	200	10	75	2	20	300	78				
L14	200	20	75	2	20	300	77				
L14	200	30	75	2	20	300	78				
L14	200	60	75	2	20	300	78				
L14	200	60	75	2	20	300	79				
L15	30	60	65	2	0	0	16				
L15	30	60	65	4	0	0	17				
L15	30	60	65	8	0	0	12				
L15	30	60	65	10	0	0	13				
L15	25	60	65	6	0	0	18				
L15	50	60	65	6	0	0	13				
L15	100	60	65	6	0	0	12				
L15	30	35	60	6	0	0	10				
L15	30	65	60	6	0	0	13				
L15	30	80	60	6	0	0	17				
L15	30	60	65	6	1	0	90				
L15	30	60	65	6	2	0	95				
L15	30	60	65	6	3	0	88				
L15	30	60	65	6	4	0	91				