



# FACULTAD DE INGENIERÍA

Carrera de Ingeniería de Minas

“INFLUENCIA DE LA CONCENTRACIÓN DE ETILENDIAMINOTETRAACÉTATO DE SODIO Y TIEMPO DE RESIDENCIA SOBRE LA RECUPERACIÓN DE COBRE EN MINERAL TIPO ÓXIDO, SALPO, LA LIBERTAD, 2018”

Tesis para optar el título profesional de:

**Ingeniero de Minas**

**Autor:**

Bach. Jiam Carlos Terán Chomba

Bach. Kevin Brayan León Portilla

**Asesor:**

Mg. Ing. Gary Christiam Farfán Chilicaus

Cajamarca – Perú

2018

## APROBACIÓN DE LA TESIS

El asesor y los miembros del jurado evaluador asignados, **APRUEBAN** la tesis desarrollada por los Bachilleres Jiam Carlos Terán Chomba & Kevin Brayan León Portilla, denominada:

**“INFLUENCIA DE LA CONCENTRACIÓN DE  
ETILENDIAMINOTETRAACÉTATO DE SODIO Y TIEMPO DE RESIDENCIA  
SOBRE LA RECUPERACIÓN DE COBRE EN MINERAL TIPO ÓXIDO, SALPO,  
LA LIBERTAD, 2018”**

---

Mg. Ing. Gary Christiam Farfán Chilicaus.  
**ASESOR**

---

Ing. Víctor Eduardo Álvarez León  
**JURADO**  
**PRESIDENTE**

---

Ing. Rafael Napoleón Ocas Boñón  
**JURADO**

---

Ing. Daniel Alejandro Alva Huamán  
**JURADO**

## DEDICATORIA

Agradecer a Dios, por acompañarme y ayudarme durante toda mi carrera y permitirme concluir mis estudios y a todas esas personas que de una u otra forma me orientaron y apoyaron a lo largo del camino.

A mi familia por estar allí compartiendo mi entusiasmo en los momentos de felicidad y brindarme su soporte y colaboración en los momentos difíciles. Mis padres son mi mayor inspiración y mis pilares incondicionales. La adoro.

A mis queridos hermanos, que ha estado en los momentos más difíciles y me ha servido de apoyo incondicional, brindándome todo su aprecio y consideración. Los quiero.

***Jiam Carlos Terán Chomba.***

## DEDICATORIA

Agradecer a Dios, por acompañarme y ayudarme durante toda mi carrera y permitirme concluir mis estudios y a todas esas personas que de una u otra forma me orientaron y apoyaron a lo largo del camino.

A mi familia por estar allí compartiendo mi entusiasmo en los momentos de felicidad y brindarme su soporte y colaboración en los momentos difíciles. Mi padre Carlos León Cabanillas y mi madre Rosa Portilla Delgado son mi mayor inspiración y mis pilares incondicionales. La adoro.

***Kevin Brayán León Portilla.***

## AGRADECIMIENTO

Nuestro más sincero agradecimiento al Mg.  
Ing. César Pol Arévalo Aranda, por su  
asesoramiento en la ejecución de la  
presente investigación.

A la plana docente de la Universidad Privada  
del Norte que gracias a sus enseñanzas  
hicieron posible nuestra formación  
profesional.

***Jiam Carlos Terán Chomba & Kevin  
Brayan León Portilla.***

## ÍNDICE DE CONTENIDOS

	Pág.
APROBACIÓN DE LA TESIS.....	ii
DEDICATORIA	iii
DEDICATORIA	iv
AGRADECIMIENTO.....	v
ÍNDICE DE CONTENIDOS.....	vi
ÍNDICE DE TABLAS.....	viii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	ix
RESUMEN .....	x
ABSTRACT .....	xi
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN.....	12
1.1. Realidad problemática.....	12
1.2. Formulación del problema .....	13
1.3. Justificación.....	13
1.4. Limitaciones .....	13
1.5. Objetivos .....	14
1.5.1. Objetivo General.....	14
1.5.2. Objetivos Específicos.....	14
CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO .....	15
2.1. Antecedentes .....	15
2.1.1. Área de estudio.....	21
2.2. Bases Teóricas.....	23
2.3. Definición de términos básicos .....	34
2.4. Hipótesis .....	36

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA .....	37
3.1. Operacionalización de variables .....	37
3.2. Diseño de investigación.....	38
3.2.1. Según el propósito: Aplicada .....	38
3.2.2. Según el diseño de investigación: Experimental .....	38
3.2.3. Según el tipo de investigación experimental: Experimental pura .....	38
3.3. Unidad de estudio.....	39
3.4. Población .....	39
3.5. Muestra .....	39
3.6. Técnicas, instrumentos y procedimientos de recolección de datos .....	39
3.6.1. Técnicas de recolección de datos .....	39
3.6.2. Instrumentos y materiales .....	39
3.6.3. Procedimiento de recolección de datos.....	41
3.7. Métodos, instrumentos y procedimientos de análisis de datos .....	46
CAPÍTULO 4. RESULTADOS .....	47
CAPÍTULO 5. DISCUSIÓN.....	49
CONCLUSIONES.....	51
RECOMENDACIONES .....	52
REFERENCIAS.....	53

## ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
TABLA N° 01. Sistema de coordenadas de la extracción de la muestra.....	22
TABLA N° 02. Definición operacional de las variables.....	37
TABLA N° 03. Esquema del proceso experimental - puro .....	38
TABLA N° 04. Ley de cobre inicial del mineral de estudio .....	39
TABLA N° 05. Ley de cobre en el relave después de realizar los ensayos (Ley <sub>i</sub> = 3.73 %) .....	47
TABLA N° 06. Porcentaje de recuperación de cobre después de realizar los ensayos....	48
TABLA I. Resultados de la ley de cobre en el relave (%) después de realizar los ensayos (Ley <sub>i</sub> = 3.73 %) .....	56
TABLA II. Tabla resumen del Porcentaje (%) de recuperación de cobre .....	57
TABLA III. Ley de cobre en el relave .....	60
TABLA IV. Cuadro resumen del análisis de varianza para la recuperación de cobre.....	65
TABLA V. Análisis económico del proyecto .....	67

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
FIGURA N° 01. Ubicación del área de influencia de extracción de la muestra.....	22
FIGURA N° 02. Fórmula del EDTA.....	31
FIGURA N°03: La coordinación EDTA con un metal .....	32
FIGURA N° 04: Resultados de la Ley de cobre en el relave después de realizar los ensayos (Leyi = 3.73 %Cu) con la influencia de la concentración de EDTA y el tiempo de residencia.....	47
FIGURA N° 05: Resultados del porcentaje de recuperación de cobre después de realizar los ensayos, con la influencia de la concentración molar del EDTA y el tiempo de residencia.....	48
FIGURA N° 06. Ubicación de Salpo, Provincia de Otuzco, La Libertad. ....	69
FIGURA N° 07. Zona de mineralización polimetálica, Salpo de la provincia de Otuzco ..	70
FIGURA N° 08. Cabando para la toma de muestra. ....	71
FIGURA N° 09. EDTA, Bicarbonato de sodio e hidróxido de sodio utilizado en la presente investigación .....	72
FIGURA N° 14: Instrumentos necesarios para realización de investigación.- Agitador magnético, pH - metro digital y balanza digital.....	72
FIGURA N° 15. El mineral .....	73
FIGURA N° 16: Molienda del mineral. ....	73
FIGURA N° 17. Secado del mineral.....	74
FIGURA N° 18: Extracción del concentrado de cobre.....	74
FIGURA N° 19: Ensayo de espectrofotometría .....	75

## RESUMEN

Se estudió la influencia de la concentración de etilendiaminotetraacétato de sodio (EDTA) y tiempo de residencia sobre la recuperación de cobre en mineral tipo óxido, proveniente de Salpo, La Libertad.

El estudio experimental se realizó utilizando efluente con diferentes concentraciones de EDTA en función de tiempos de agitación a 60, 120 y 180 minutos, con una ley inicial de 3.73 % de cobre.

El resultado del estudio del empleo de EDTA concluyó que la recuperación de cobre a 60 minutos y concentración de EDTA 0.10 M fue de 30.65 % y a medida que ambas variables aumentaban, la remoción también aumentaban, es así que se llegó a obtener una recuperación de 90.65 % a 180 minutos y a una concentración de EDTA de 0.15 M.

Los resultados son confirmados mediante análisis de varianza para un nivel de confianza de 95%. De esto se concluye que la recuperación de cobre en función de la concentración de EDTA es de  $F_0 = 1124.711$  es mayor al  $F_{0.05;2;18} = 3.55$ , y la influencia del tiempo de residencia es de  $F_0 = 647.2694$  es mayor al  $F_{0.05;2;18} = 3.55$  y con la influencia de la concentración de EDTA y tiempo de residencia es de  $F_0 = 33.29$  es mayor al  $F_{0.05;4;18} = 2.93$ , obtenido de manera tabular. Esto confirma la aceptación de la hipótesis alterna, por lo tanto, la influencia de la concentración de EDTA y el tiempo de residencia de manera individual como en conjunto si afectan significativamente en la recuperación del cobre.

## ABSTRACT

The influence of the concentration of sodium ethylenediaminetetraacetate (EDTA) and residence time on the recovery of copper in oxide mineral, from Salpo, freedom, was studied.

The experimental study was carried out using effluent with different concentrations of EDTA as a function of stirring times at 60, 120 and 180 minutes, with an initial law of 3.73% copper.

The result of the study of the use of EDTA concluded that the recovery of copper at 60 minutes and concentration of EDTA 0.10 M was 30.65% and as both variables increased, the removal also increased, so it was possible to obtain a recovery of 90.65% at 180 minutes and at an EDTA concentration of 0.15 M.

The results are confirmed by analysis of variance for a confidence level of 95%. From this it is concluded that the recovery of copper as a function of the concentration of EDTA is  $F_0 = 1124.711$  is greater than  $F_{0.05, 2; 18} = 3.55$ , and the influence of residence time is  $F_0 = 647.2694$  is greater than  $F_{0.05; 2; 18} = 3.55$  and with the influence of EDTA concentration and residence time is  $F_0 = 33.29$  is greater than  $F_{0.05; 4; 18} = 2.93$ , obtained in a tabular manner. This confirms the acceptance of the alternative hypothesis, therefore, the influence of the concentration of EDTA and the time of residence individually and as a whole if they significantly affect the recovery of copper.

## CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

### 1.1. Realidad problemática

Se ha observado que para obtener el cobre mediante el proceso de lixiviado, mediante solución acuosa, se emplea mayormente como agente lixivante, soluciones de ácido sulfúrico. Es en este sentido que se han venido realizando estudios acerca de procesos con el fin no solo de reducir la contaminación si no de optimizar y reducir costos del proceso de lixiviación (Carpio, 2013).

Los procesos de lixiviación del cobre se basan en el uso de agentes lixivantes de naturaleza química y bioquímica, tales como el uso de las sales de fierro (III) y fierro (II), así como el empleo de microorganismos llamados bacterias (Reyes, 2015).

La lixiviación del cobre propiamente dicha, así como el empleo de microorganismos, en ambos casos estos se dan en medio acuoso, con alto contenido de ácido sulfúrico. Si bien estos procesos son eficientes al optimizar y reducir costos de operación siguen siendo altamente contaminantes, debido principalmente al alto contenido de ácido sulfúrico (Bingol, 2015).

En la actualidad la ley exige mantener ciertos parámetros en la lixiviación de minerales, con el fin de preservar el medio ambiente. Por lo cual la finalidad del presente trabajo de investigación ha sido proponer una alternativa al empleo de reactivos convencionales así como la reducción del consumo de ácidos en minerales conteniendo ganga de carbonatos calcareos. Para ello se busca estudiar la factibilidad de lixiviación de solución con Etilendiaminotetraacétato de sodio (EDTA) en un medio básico sobre el mineral oxidado de cobre (Morcillo, 2016).

Ante las situaciones planteadas, se pretende estudiar mediante el presente trabajo experimental de laboratorio y análisis teórico de los fundamentos del fenómeno, la influencia de la concentración de etilendiaminotetraacétato de sodio y tiempo de residencia sobre la recuperación de cobre en mineral tipo óxido, de Salpo, La Libertad, buscando de esta manera generar un mayor conocimiento con miras al análisis y optimización del proceso.

## 1.2. Formulación del problema

¿En qué medida influye la concentración de etilendiaminotetraacétato de sodio y tiempo de residencia sobre la recuperación de cobre en mineral tipo óxido, Salpo, La Libertad?

## 1.3. Justificación

La necesidad de contar con herramientas y metodologías basadas en el conocimiento de parámetros de optimización del proceso de lixiviación de minerales tipo óxido como el cobre permitirá conocer termodinámicamente los mecanismos del proceso, y así realizar una evaluación pertinente y adecuada del empleo apropiado de la concentración de etilendiaminotetraacétato de sodio y tiempo de residencia del mineral a tratar.

El presente trabajo de investigación permitirá a las empresas e interesados en contar con una herramienta básica para la comprensión de la relación entre la concentración de etilendiaminotetraacétato de sodio y tiempo de residencia del mineral tipo óxido; que ayudará a proponer una metodología de trabajo pertinente en la lixiviación del cobre.

## 1.4. Limitaciones

El presente trabajo involucra una serie de etapas, desde un trabajo de gabinete y laboratorio a un trabajo de campo. En el trabajo de campo se deberá solicitar la debida autorización de los comuneros de la zona para la obtención del mineral sulfurado; así mismo, no existen carreteras asfaltadas para llegar a la zona, solo existen trochas en mal estado, los cuales se deberá tomar las medidas pertinentes en temas climatológicas que puedan limitar la extracción de la muestra como lluvias excesivas ya que estos eventos inesperados podrían interrumpir las actividades de muestreo y así aplazar el cronograma de trabajo ya establecido

## 1.5. Objetivos

### 1.5.1. Objetivo General

Determinar cómo influye la concentración de etilendiaminotetraacétato de sodio y tiempo de residencia en la recuperación de cobre en mineral tipo óxido, Salpo, La Libertad

### 1.5.2. Objetivos Específicos

- Determinar la concentración de etilendiaminotetraacétato óptima en la lixiviación de un mineral tipo óxido, de Salpo, La Libertad, para obtener una adecuada lixiviación del cobre.
- Evaluar el tiempo de residencia en la lixiviación de un mineral tipo óxido de Salpo, La Libertad, para obtener una adecuada extracción del cobre.
- Determinar la interacción de la concentración de etilendiaminotetraacétato de sodio y tiempo de residencia en la lixiviación de un mineral tipo óxido de SALPO, La Libertad.

## CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1. Antecedentes

Uno de los procesos de extracción de cobre muy usados en la metalurgia es la lixiviación, este es un proceso de carácter hidrometalúrgico, el cual consiste en la obtención de cobre que se encuentra en minerales oxidados tales como la azurita  $\text{Cu}_3(\text{OH})_2(\text{CO}_3)_2$ , malaquita  $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ , Tenorita  $\text{CuO}$ , crisocola  $\text{CuSiO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , Etc. los cuales son solubles en agentes tipo ácido o alcalino a temperatura ambiente, siendo separados mayormente a través de la aplicación de una disolución de ácido sulfúrico y agua siendo el consumo de ácido sulfúrico entre 0,4 a 0,7 TM de este por tonelada de cobre recuperado (Carpio, 2013).

Uno de los inconvenientes para lixiviar minerales oxidados de cobre de tipo básico es el consumo excesivo de ácido. Frente a un alto consumo de ácido, al lixiviar minerales de cobre que contienen carbonatos con gangas de caliza y dolomita, surgió como la necesidad de investigar nuevos agentes lixiviantes que podrían amenguar el problema. Es así como en la planta de Kennecott Alaska (E.E.U.U.), surgió una alternativa de solución, proponiendo un nuevo agente lixiviante como es el amoníaco, Bingol (2015) realizó una investigación cuyos resultados fueron buenos en selectividad y bajo consumo de reactivos. Así mismo la empresa Anaconda instaló una Planta de Lixiviación Amoniacal en Montana (E.E.U.U.). Mientras que la empresa Minera La Escondida en Chile, en la década de los 90, aplico un método de lixiviación con amoníaco para lixiviar concentrados sulfurados de cobre a nivel de planta, a temperatura ambiente insuflando, pero la desventaja de este método indico niveles de presión por encima de las condiciones normales y equipos adecuados para ello (Bingol, 2015).

Así mismo, otros investigadores estudiaron la cinética de la disolución de la malaquita con carbonato de amonio en presencia de hidróxido de amonio a temperatura ambiente logrando resultados satisfactorios con altas recuperaciones. Algunos investigadores aplicaron otros agentes lixiviantes, los cuales no se aplican en gran medida. Las nuevas tecnologías han llevado en las últimas décadas a investigar a nivel de laboratorio las reacciones que tienen lugar los elementos de transición con ligandos de complejos; tales como los agentes quelantes en medio alcalino, basándose en aplicaciones de titulación volumétrica, que tuvieron lugar en la mitad de los años treinta, cuando la firma German I.G. Farbenindustrie introdujo al mercado, el ácido etilendiaminotetraacético (EDTA), el cual posee una remarcada

habilidad para formar quelatos solubles muy estables, con los metales de transición, incluyendo los metales de los grupos I y II de la tabla periódica A finales de la segunda guerra mundial se consolidaron algunos alcances acerca de los agentes quelantes (Flaschca, 2012).

Schwarzenbach, profesor de la Universidad de Zurich, Switzerland y sus colaboradores iniciaron estudios fisicoquímicos sobre los complejos metálicos del EDTA y sus compuestos, incluyendo los valores de las constantes de estabilidad y su mecanismo de reacción, usándolo en el año 1946 como valorante en el análisis volumétrico, para prevenir los interferentes e incrementar su selectividad (Konishi, Katoh, & Asai, 2012)

Tales resultados fueron corroborados con estudios que han sido llevados a cabo con el propósito de evaluar la lixiviación de minerales sintéticos y naturales con EDTA. Muestras de minerales de covelita ( $\text{CuS}$ ) natural polidispersadas de 0,5 g fueron lixiviadas con solución de EDTA al 0,1 M, un rango de pH entre 7 y 13,

Temperaturas: 20 °C, 40 °C y 60 °C, con agitación mecánica dos veces al día; dando como resultado altas recuperaciones a una concentración de 0,069 M de EDTA a 23 °C y a un pH de 10,97. La velocidad de disolución lineal del cobre aumenta al aumentar el pH desde 7, llegando a un máximo cerca de 10; descendiendo a pH 11 y luego subiendo levemente a elevar más el pH (Tomasek, 2014).

La disolución de  $\text{Cu}_2\text{S}$  con el incremento de la presión de oxígeno usando EDTA dio lugar a las siguientes conclusiones: la velocidad de disolución aumento con el incremento de la concentración de EDTA y pH. Lograron los más altos valores de pH entre 11-12. (Dieder, 2013)

Continuaron investigando con un método idéntico, pero esta vez la disolución de chalcocita natural con EDTA en un rango de concentración entre 0,029 y 0,201 molar con un pH comprendido entre 7,5 y 13; al efecto de la temperatura fue estudiado entre 20, 40 y 60 °C. Los resultados fueron similares a los logrados con la covelita. La dependencia de la velocidad lineal de disolución de cobre sobre los valores de pH tiene una increíble analogía con la lixiviación de la covelita. Con diferencia de la etapa intermedia formando la covelita. Para este fin pasaron 0,5 g de mineral y se lixiviaron con 500 ml de solución de EDTA; con agitación mecánica intermitente (Tomasek, 2014)

Un incremento de pH al lixiviar  $\text{Cu}_2\text{S}$  con EDTA, aumentando la presión de oxígeno dio como resultado un incremento en la velocidad de disolución logrando los más

altos valores en la región de pH entre 11,-12. Así mismo la velocidad de disolución se incrementó con el aumento de la concentración de EDTA (Sheppard, 2013).

Otros Investigaron la aplicación EDTA a carbonatos y silicatos. Logrando altas velocidades de lixiviación a pH entre 9 – 9,5. La extracción de cobre se incrementó con el incremento de la concentración y temperatura (Tomasek, 2014).

Estudiaron la lixiviación de cobre desde las partículas de chalcosita ( $\text{Cu}_2\text{S}$ ) natural, con soluciones alcalinas en  $\text{Na}_4\text{EDTA}$ , en presencia de oxígeno a presión atmosférica, agitación constante y temperatura entre 348 y 367 K, pesando 0,25.0,5 g de chalcosita del tamaño deseado a concentraciones entre 40, 60 120  $\text{mol m}^{-3}$  de EDTA a pH entre 12,7 a 13,5 con NaOH. La fuerza iónica fue mantenida constante a 2400  $\text{mol m}^{-3}$   $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . La fase gaseosa fue  $\text{O}_2$  o la mezcla de  $\text{N}_2$  y  $\text{O}_2$  las cuales fueron saturadas con vapor de agua. La fracción molar de oxígeno fue desde 0,753-0,0859. La duración del experimento fue entre 480 minutos. Tuvieron reacciones consecutivas, donde el producto sólido de la 1ra reacción (covelita) llegó a ser el reactante para la 2da reacción. Y finalmente obtuvieron  $\text{Cu}_2\text{EDTA}_3$ . Concluyendo que el cobre lixiviado dentro de las soluciones alcalinas era inminentemente consumidas por la quelación del cobre (II) con EDTA (Konishi, Katoh, & Asai, 2012)

La lixiviación de cobre a partir de covelita ( $\text{CuS}$ ) natural en soluciones alcalinas conteniendo oxígeno con  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ , a presión atmosférica y a temperatura entre 74.85 y 93.85 también se investigó obteniendo resultados satisfactorio (Petrucci, HARwood, & Herring, 2014)La lixiviación de óxido de cobre (II) comercial sinterizado dentro de un disco con resina, fue llevada a cabo con soluciones de EDTA a concentraciones  $3 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$ , en una cantidad de 0,475 $\text{dm}^3$  y 0,1  $\text{mol dm}^{-3}$  de  $\text{NaClO}_4$ , a temperatura de 80 °C, durante 5 h de lixiviación. Donde la extracción de iones  $\text{Cu}^{2+}$  a las condiciones experimentales mencionadas fue aumentada a partir de pH 4 siendo esta, mayor a pH 7,5 y descendiendo a incrementar el pH hasta 11. Las altas concentraciones de EDTA dieron como resultado altas extracciones de Cu (II) disuelto y por tanto promovió la disolución del  $\text{CuO}$ . Al aumentar el pH a partir de 8,5 hasta 11 aproximadamente, las pendientes del tiempo de lixiviación vs extracción de Cu (II) fueron menores cada vez respectivamente (Sheppard, 2013)

Otros Investigaron la solución de  $\text{Cu}_2\text{S}$  en soluciones de EDTA con insuflación de oxígeno. Determinando que a presiones altas de oxígeno y pH altos lograron una influencia positiva solamente sobre los procesos cinéticos. La disolución de  $\text{Cu}_2\text{S}$  en soluciones acuosas de EDTA se dio en dos pasos con la formación de  $\text{CuS}$

intermedio. En soluciones acuosas de EDTA se dio en dos pasos con la formación de  $\text{CuS}$  intermedio. En soluciones ácidas y neutras, Siendo los productos finales de la disolución azufre e ion complejo  $\text{Cu (EDTA)}^{2-}$  (Mitchell, 2015)

Uno de los procesos de extracción de cobre muy usados en la metalurgia es la lixiviación, este es un proceso de carácter hidrometalúrgico, el cual consiste en la obtención de cobre que se encuentra en minerales oxidados tales como la azurita  $\text{Cu}_3(\text{OH})_2(\text{CO}_3)_2$ , malaquita  $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ , Tenorita  $\text{CuO}$ , crisocola  $\text{CuSiO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , Etc. los cuales son solubles en agentes tipo ácido o alcalino a temperatura ambiente, siendo separados mayormente a través de la aplicación de una disolución de ácido sulfúrico y agua siendo el consumo de ácido sulfúrico entre 0,4 a 0,7 TM de este por tonelada de cobre recuperado (Carpio, 2013).

Uno de los inconvenientes para lixiviar minerales oxidados de cobre de tipo básico es el consumo excesivo de ácido. Frente a un alto consumo de ácido, al lixiviar minerales de cobre que contienen carbonatos con gangas de caliza y dolomita, surgió como la necesidad de investigar nuevos agentes lixiviantes que podrían amenguar el problema. Es así como en la planta de Kennecott Alaska (E.E.U.U.), surgió una alternativa de solución, proponiendo un nuevo agente lixiviante como es el amoníaco, Bingol (2015) realizó una investigación cuyos resultados fueron buenos en selectividad y bajo consumo de reactivos. Así mismo la empresa Anaconda instaló una Planta de Lixiviación Amoniacal en Montana (E.E.U.U.). Mientras que la empresa Minera La Escondida en Chile, en la década de los 90, aplico un método de lixiviación con amoníaco para lixiviar concentrados sulfurados de cobre a nivel de planta, a temperatura ambiente insuflando, pero la desventaja de este método indico niveles de presión por encima de las condiciones normales y equipos adecuados para ello (Bingol, 2015).

Así mismo, otros investigadores estudiaron la cinética de la disolución de la malaquita con carbonato de amonio en presencia de hidróxido de amonio a temperatura ambiente logrando resultados satisfactorios con altas recuperaciones. Algunos investigadores aplicaron otros agentes lixiviantes, los cuales no se aplican en gran medida. Las nuevas tecnologías han llevado en las últimas décadas a investigar a nivel de laboratorio las reacciones que tienen lugar los elementos de transición con ligandos de complejos; tales como los agentes quelantes en medio alcalino, basándose en aplicaciones de titulación volumétrica, que tuvieron lugar en la mitad de los años treinta, cuando la firma German I.G. Farbenindustrie introdujo al

mercado, el ácido etilendiaminotetraacético (EDTA), el cual posee una remarcada habilidad para formar quelatos solubles muy estables, con los metales de transición, incluyendo los metales de los grupos I y II de la tabla periódica. A finales de la segunda guerra mundial se consolidaron algunos alcances acerca de los agentes quelantes (Flaschca, 2012).

Schwarzenbach, profesor de la Universidad de Zurich, Switzerland y sus colaboradores iniciaron estudios fisicoquímicos sobre los complejos metálicos del EDTA y sus compuestos, incluyendo los valores de las constantes de estabilidad y su mecanismo de reacción, usándolo en el año 1946 como valorante en el análisis volumétrico, para prevenir los interferentes e incrementar su selectividad (Konishi, Katoh, & Asai, 2012). Tales resultados fueron corroborados con estudios que han sido llevados a cabo con el propósito de evaluar la lixiviación de minerales sintéticos y naturales con EDTA. Muestras de minerales de covelita ( $\text{CuS}$ ) natural polidispersadas de 0,5 g fueron lixiviadas con solución de EDTA al 0,1 M, un rango de pH entre 7 y 13, Temperaturas: 20 °C, 40 °C y 60 °C, con agitación mecánica dos veces al día; dando como resultado altas recuperaciones a una concentración de 0,069 M de EDTA a 23 °C y a un pH de 10,97. La velocidad de disolución lineal del cobre aumenta al aumentar el pH desde 7, llegando a un máximo cerca de 10; descendiendo a pH 11 y luego subiendo levemente a elevar más el pH (Tomasek, 2014).

La disolución de  $\text{Cu}_2\text{S}$  con el incremento de la presión de oxígeno usando EDTA dio lugar a las siguientes conclusiones: la velocidad de disolución aumentó con el incremento de la concentración de EDTA y pH. Lograron los más altos valores de pH entre 11-12. (Dieder, 2013) Continuaron investigando con un método idéntico, pero esta vez la disolución de chalcocita natural con EDTA en un rango de concentración entre 0,029 y 0,201 molar con un pH comprendido entre 7,5 y 13; al efecto de la temperatura fue estudiado entre 20, 40 y 60 °C. Los resultados fueron similares a los logrados con la covelita. La dependencia de la velocidad lineal de disolución de cobre sobre los valores de pH tiene una increíble analogía con la lixiviación de la covelita. Con diferencia de la etapa intermedia formando la covelita. Para este fin pasaron 0,5 g de mineral y se lixiviaron con 500 ml de solución de EDTA; con agitación mecánica intermitente (Tomasek, 2014)

Un incremento de pH al lixiviar  $\text{Cu}_2\text{S}$  con EDTA, aumentando la presión de oxígeno dio como resultado un incremento en la velocidad de disolución logrando los más

altos valores en la región de pH entre 11,-12. Así mismo la velocidad de disolución se incrementó con el aumento de la concentración de EDTA (Sheppard, 2013).

Otros Investigaron la aplicación EDTA a carbonatos y silicatos. Logrando altas velocidades de lixiviación a pH entre 9 – 9,5. La extracción de cobre se incrementó con el incremento de la concentración y temperatura (Tomasek, 2014). Estudiaron la lixiviación de cobre desde las partículas de chalcocita ( $\text{Cu}_2\text{S}$ ) natural, con soluciones alcalinas en  $\text{Na}_4\text{EDTA}$ , en presencia de oxígeno a presión atmosférica, agitación constante y temperatura entre 348 y 367 K, pesando 0,25.0,5 g de chalcocita del tamaño deseado a concentraciones entre 40, 60 120  $\text{mol m}^{-3}$  de EDTA a pH entre 12,7 a 13,5 con  $\text{NaOH}$ . La fuerza iónica fue mantenida constante a 2400  $\text{mol m}^{-3}$   $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . La fase gaseosa fue  $\text{O}_2$  o la mezcla de  $\text{N}_2$  y  $\text{O}_2$  las cuales fueron saturadas con vapor de agua. La fracción molar de oxígeno fue desde 0,753-0,0859. La duración del experimento fue entre 480 minutos. Tuvieron reacciones consecutivas, donde el producto sólido de la 1ra reacción (covelita) llegó a ser el reactante para la 2da reacción. Y finalmente obtuvieron  $\text{Cu}_2\text{EDTA}_3$ . Concluyendo que el cobre lixiviado dentro de las soluciones alcalinas era inminentemente consumidas por la quelación del cobre (II) con EDTA (Konishi, Katoh, & Asai, 2012)

La lixiviación de cobre a partir de covelita ( $\text{CuS}$ ) natural en soluciones alcalinas conteniendo oxígeno con  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ , a presión atmosférica y a temperatura entre 74.85 y 93.85 también se investigó obteniendo resultados satisfactorio (Petrucci, HARwood, & Herring, 2014)La lixiviación de óxido de cobre (II) comercial sinterizado dentro de un disco con resina, fue llevada a cabo con soluciones de EDTA a concentraciones  $3 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$ , en una cantidad de 0,475 $\text{dm}^3$  y 0,1  $\text{mol dm}^{-3}$  de  $\text{NaClO}_4$ , a temperatura de 80 °C, durante 5 h de lixiviación. Donde la extracción de iones  $\text{Cu}^{2+}$  a las condiciones experimentales mencionadas fue aumentada a partir de pH 4 siendo esta, mayor a pH 7,5 y descendiendo a incrementar el pH hasta 11. Las altas concentraciones de EDTA dieron como resultado altas extracciones de Cu (II) disuelto y por tanto promovió la disolución del  $\text{CuO}$ . Al aumentar el pH a partir de 8,5 hasta 11 aproximadamente, las pendientes del tiempo de lixiviación vs extracción de Cu (II) fueron menores cada vez respectivamente (Sheppard, 2013)

Otros Investigaron la solución de  $\text{Cu}_2\text{S}$  en soluciones de EDTA con insuflación de oxígeno. Determinando que a presiones altas de oxígeno y pH altos lograron una influencia positiva solamente sobre los procesos cinéticos. La disolución de  $\text{Cu}_2\text{S}$  en soluciones acuosas de EDTA se dio en dos pasos con la formación de  $\text{CuS}$

intermedio. En soluciones acuosas de EDTA se dio en dos pasos con la formación de CuS intermedio. En soluciones ácidas y neutras, Siendo los productos finales de la disolución azufre e ion complejo Cu (EDTA)<sup>2-</sup> (Mitchell, 2015)

### 2.1.1. Área de estudio

#### A. Ámbito geográfico del proyecto

El proyecto se desarrolló en el distrito de Salpo, Provincia de Julcán, departamento de La Libertad.

#### B. Aspectos geográficos

La ubicación está localizada al norte de Cajamarca en el distrito de Salpo, entre los 3400 y 3500 m.s.n.m. Su ubicación geográfica corresponde a las siguientes coordenadas: 9114786 N, 764729 E.

El yacimiento se encuentran albergados en lavas subhorizontales pertenecientes al centro volcánico Salpo. Este volcán ha sido erosionado y posteriormente cubierto por depósitos piroclásticos riolíticos provenientes de la Caldera Carabamba.

Están conformado por dos vetas: Salpo y Milluachaqui. Ambas tienen una dirección principal N 145° con buzamientos de 45° a 90°. La veta Salpo varía su inclinación de SO a NE, mientras que la veta Milluachaqui sólo buza al SO.

Probablemente, ambas vetas en el Mioceno han sufrido un desplazamiento hacia el Sur, ligado a una falla de cizalla. También se reconocen pequeñas fallas transversales, que deben corresponder a un tercer evento compresivo. Estas estructuras están rellenas por vetillas que sugieren una nueva etapa de mineralización.

La veta Salpo presenta cuarzo, limonita, oro, pirita, esfalerita, galena, calcopirita, covelita y calcocina. Las vetas genéticamente son diferentes: en Milluachaqui son principalmente argentíferas, mientras que en Salpo son polimetálicas. Ambas vetas tienen leyes promedio de 4 - 6 g/t de Au, 420 - 560 g/t de Ag y de 3 a 5 % de Cu. Sus espesores varían de 0.6 a 1.0 metros y longitudes de 5 a 6 km.

**TABLA N° 01.** Sistema de coordenadas de la extracción de la muestra.

F u e n t e	PUNTO	LONGITUD NORTE	LONGITUD ESTE	ALTURA (msnm)
	P1	9114786.00	764729.00	3 459
	P2	9114583.00	764675.00	3 436

: Elaboración propia

**FIGURA N° 01.** Ubicación del área de influencia de extracción de la muestra.



Fuente: Google Earth

## 2.2. Bases Teóricas

### 2.2.1. Minerales Oxidados de cobre

Los minerales oxidados son producto de la combinación del oxígeno con un elemento, entre ellos se cuenta oligisto, corindón, casiterita, bauxita. Los minerales que mayormente se encuentran son: malaquita, azurita, crisocola, cuprita y brochantita. De los cuales el mineral que más abunda es la malaquita (Bustamante, 2017).

La malaquita es un mineral del grupo V (carbonatos) según la clasificación de Strunz, de fórmula química  $\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$  (Dihidroxido de carbonato de cobre (II)). Posee un 57,0% de cobre. Su nombre viene del latín malachites, en alusión a su color. En la antigüedad era usada como colorante, pero hoy en día su uso es más bien como piedra semipreciosa (Remore, 2012).

Los yacimientos más importantes de este mineral están en Colombia, Congo (Zaire), norte de Sudáfrica, Zimbabue, Rusia, Namibia, Hungría y Estados Unidos.

Composición química de algunos minerales oxidados son azurita, malaquita, brochantita, calcantita, atacamita, crisocola, cuprita. El procesamiento del mineral de óxido de cobre se realiza a través de un proceso hidrometalúrgico llamado extracción por solvente/ electrodeposición. Los óxidos son minerales en los que el oxígeno forma enlaces con los metales, sólo oxígeno en el caso de los óxidos, y oxígeno con hidrógeno ( $\text{OH}^-$ ) en los hidróxidos. Comprenden unos 250 minerales aproximadamente (Bustamante, 2017).

### 2.2.2. Cobre

El cobre (del latín cuprum, y éste del griego kypros), 5 cuyo símbolo es Cu, es el elemento químico de número atómico 29. Se trata de un metal de transición de color rojizo y brillo metálico que, junto con la plata y el oro, forma parte de la llamada familia del cobre, se caracteriza por ser uno de los mejores conductores de electricidad (el segundo después de la plata). Gracias a su alta conductividad eléctrica, ductilidad y maleabilidad, se ha convertido en el material más utilizado para fabricar cables eléctricos y otros componentes eléctricos y electrónicos (Rubio, 2013).

El cobre es el tercer metal más utilizado en el mundo, por detrás del hierro y el aluminio. La producción mundial de cobre refinado se estimó en 15,8 Mt en el 2006, con un déficit de 10,7 % frente a la demanda mundial proyectada de 17,7 Mt.<sup>8</sup> Los pórfidos cupríferos constituyen la principal fuente de extracción de cobre en el mundo.

El cobre pertenece al mismo grupo de la tabla periódica que la plata y el oro. Estos tres metales son resistentes a la corrosión y relativamente inertes. En la mayoría de sus compuestos, el cobre puede tener valencia (estado de oxidación) +1 o valencia +2. Las soluciones acuosas de iones cobre en estado de oxidación +2 presentan un color azul, mientras que los iones cobre en estado de oxidación +1, son incoloros. El cobre y los compuestos de cobre les confieren un color verdoso a las llamas (Morcillo, 2016).

El cobre y las aleaciones de cobre son especialmente resistentes a la corrosión en comparación a otros metales de uso común, gracias a su capacidad para formar compuestos estables que le ayudan a protegerse contra los ataques de la corrosión. Cuando se expone a la atmósfera, en la superficie del cobre y sus aleaciones se forman capas protectoras de óxido y sales básicas poco solubles. El cobre puede alearse con algunos elementos que influyen de forma positiva en la formación de dichas capas (Dieder, 2013).

### **2.2.3. Caracterización mineralógica del yacimiento de Salpo**

El yacimiento de Salpo, localizado en Otuzco, La Libertad; emplazado dentro la franja volcánica del Grupo Calipuy; consiste de 3 Sectores de vetas: Sector de vetas intracaldera de rumbo NW: donde destacan la veta Salpo con mineralización polimetálica con oro y la veta Milluachaqui con mineralización de plata, Sector de vetas radiales a la Caldera, y Sector de Vetas Periféricas de rumbo NW y E-W; emplazadas en el borde de la Caldera Quinga y parte central y periférica de la Caldera Salpo. Este yacimiento se encuentra dentro de un sector metalogénico de yacimientos epitermales de baja sulfuración y vetas Polimetálicas con (Ag-Au) de edad 16-7 millones de años y dentro del corredor estructural Huamachuco-Santa (Quiroz, 1997). La veta Salpo de 5 Km. de largo con rumbo N50-60°W y

alto buzamiento, es una veta de relleno dextral normal con lazos sigmoides y con mineralogía de cuarzo, metales base, oro, minerales de plata; con alteración propilítica sobreimpuesta alteración sericítica y sobreimpuesta alteración argílica; geoquímica con buena correlación Au-Ag-As-Hg con metales base y zonamiento de metales base (Ag Au-Galena esfalerita-Calcopirita) con sobreimpresión Au-Ag. La veta Milluachaqui de 3 Km. de largo con rumbo N40-60 W y 60 SW de buzamiento, es una veta de relleno de falla normal dextral con ramales y con mineralogía de cuarzo, rodonita, óxidos de manganeso, minerales de plata y oro; con alteración propilítica sobreimpuesta alteración sericítica y sobreimpuesta alteración argílica; geoquímica con buena correlación Au-Ag con metales base y zonamiento de minerales de plata (Platas Rojas-Cobres Grises argentíferos-Galena argentífera-Metales Base) y una zona de enriquecimiento secundario de plata-cobre. El modelo de evolución geológico genético del yacimiento de Salpo tiene todas las fases de evolución de una caldera hasta la etapa resurgente donde se emplaza la mineralización económica en dos fases de mineralización. La aplicación a la exploración es la importancia estructural de la formación de vetas económicas con rumbo NW y E-W (formadas por tectónica Quechua I y II) ubicadas en la parte central y periférica de estructuras de calderas (Yacimientos de Salpo, Machacala y Urumalqui relacionados a la Caldera Quinga) (Yupari, 2014).

#### **2.2.4. Producto de solubilidad (Kps)**

El producto de solubilidad se define como la constante de equilibrio de la reacción química en la que aparece un sólido iónico como reactivo y sus correspondientes iones disueltos en agua como productos (Konishi, Katoh, & Asai, 2012).

La disolución ha de estar saturada de iones, con el máximo de iones posibles disueltos en el equilibrio. En el producto de solubilidad solo aparecen las concentraciones en moles por litro de los iones elevadas a sus coeficientes estequiométricos porque el sólido tiene actividad uno (Rubio, 2013).

Se llama solubilidad molar  $s$  a la concentración de sólido disuelto expresada en moles por litro de disolución. La solubilidad molar es: El valor

de  $s$  depende del producto de solubilidad  $K_{ps}$ , que a su vez depende de la temperatura. Como toda constante de equilibrio  $K_{ps}$  es adimensional. Hay dos formas de expresar la solubilidad de una sustancia: como solubilidad molar, número de moles de soluto en un litro de una disolución saturada (mol/L); y como solubilidad, número de gramos de soluto en un litro de una disolución saturada (g/L). Todo esto ha de calcularse teniendo en cuenta una temperatura que ha de permanecer constante y que suele ser la indicada en las condiciones estándar o de laboratorio ( $P=101$  kPa,  $T=25^{\circ}\text{C}$ ) (Sheppard, 2013).

#### 2.2.5. pH

El pH es una medida de acidez o alcalinidad de una disolución. El pH indica la concentración de iones hidronio  $[\text{H}_3\text{O}^+]$  presentes en determinadas disoluciones.

La sigla significa 'potencial hidrógeno', 'potencial de hidrógeno' o 'potencial de hidrogeniones' (pondus hydrogeni o potentia hydrogeni; del latín pondus, n. = peso; potencia, f. = potencia; hydrogenium, n. = hidrógeno). Este término fue acuñado por el químico danés S. P. L. Sorensen (1868-1939), quien lo definió en 1909 como el opuesto del logaritmo en base 10 (o el logaritmo del inverso) de la actividad de los iones hidrógeno. Esto es:  $\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$  (Porrás, 2012)

Desde entonces, el término "pH" se ha utilizado universalmente por lo práctico que resulta para evitar el manejo de cifras largas y complejas. En disoluciones diluidas, en lugar de utilizar la actividad del ion hidrógeno, se le puede aproximar empleando la concentración molar del ion hidrógeno (Astucuri, 2014).

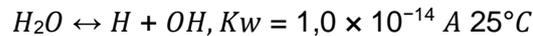
#### 2.2.6. Influencia del pH en la solución

Si al disolverse parcialmente una sustancia poco soluble origina iones  $\text{H}_3\text{O}^+$  o  $\text{OH}^-$ , o bien reacciona químicamente para originarlos, al variar la acidez del medio también cambiará la solubilidad de la sustancia.

Los casos más importantes son la solubilidad de hidróxidos y la de sales que se hidrolizan. De esta forma se disuelven carbonatos, sulfuros, fosfatos, etc. La solubilidad de estos aumenta a pH bajos, porque los iones

básicos reaccionan con el agua debido a que los aniones se protonan en disolución ácida (Rubio, 2013)

En el caso del agua  $H^+$  y  $OH^-$  tiene lugar en toda la disolución acuosa de acuerdo a la reacción  $K_w$  (Sheppard, 2013)



Dónde:  $K_w$  es el producto iónico

En el caso de los carbonatos se desprende  $CO_2$ , ya que el ácido carbónico,  $H_2CO_3$ , que se forma es inestable y se descompone.

### 2.2.7. Tapón químico

Un tapón, buffer, solución amortiguadora o solución reguladora es la mezcla en concentraciones relativamente elevadas de un ácido débil y su base conjugada, es decir, sales hidrolíticamente activas. Tienen la propiedad de mantener estable el pH de una disolución frente a la adición de cantidades relativamente pequeñas de ácidos o bases fuertes. Se puede entender esta propiedad como consecuencia del efecto ion común y las diferentes constantes de acidez o basicidad: una pequeña cantidad de ácido o base desplaza levemente el equilibrio ácido-base débil, lo cual tiene una consecuencia menor sobre el pH. Cada sistema buffer tiene su propio rango efectivo de pH, el cual dependerá de la constante de equilibrio del ácido o base empleado. Son importantes en el laboratorio y en la industria, y también en la química de la vida. Tampones típicos son el par amoníaco-catión amonio, ácido acético-anión acetato, anión carbonato-anión bicarbonato, ácido cítrico-anión citrato o alguno de los pares en la disociación del ácido fosfórico (Bingol, 2015).

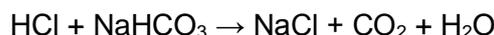
### 2.2.8. Mecanismo de actuación de las soluciones tampón

Para poder entender con claridad el mecanismo que utiliza el organismo para evitar cambios significativos de pH, pondremos un ejemplo de actuación del tampón de más importancia en el organismo, el equilibrio de ácido carbónico ( $H_2CO_3$ ) y bicarbonato ( $HCO_3^-$ ), presente en el líquido intracelular y en la sangre. Como producto del metabolismo se produce  $CO_2$  que al reaccionar con las moléculas de agua produce ácido carbónico,

un compuesto inestable que se disocia parcialmente y pasa a ser bicarbonato según el siguiente equilibrio (Flaschca, 2012):



Entonces, el bicarbonato resultante se combina con los cationes libres presentes en la célula, como el sodio, formando así bicarbonato sódico ( $\text{NaHCO}_3$ ), que actuará como tampón ácido. Supongamos que entra en la célula un ácido fuerte, por ejemplo, ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ) (Bingol, 2015):



Como se puede ver en la anterior reacción el efecto ácido clorhídrico queda neutralizado por el bicarbonato de sodio y resultan como productos sustancias que no provocan cambios en el pH celular y lo mantienen en su valor normal, que es 7,4 (Flaschca, 2012).

#### 2.2.9. Agente quelante

Un quelatante, o secuestrante, o antagonista de metales pesados, es una sustancia que forma complejos con iones de metales pesados. A estos complejos se los conoce como quelatos, palabra que proviene de la palabra griega chele que significa "garra".

Los quelatos son complejos formados por la unión de un metal y un compuesto que contiene dos o más ligandos potenciales. El proceso de formación del quelato se conoce como quelatación o quelación. El producto de tal reacción es un anillo heterocíclico. Un quelatante es un ligando polidentado que se coordina a un ion central por dos o más átomos dativos. Los anillos de 5 a 6 miembros poseen más estabilidad, por lo que se diseñan quelatantes polidentados, es decir, multiligantes, para lograr complejos de alta estabilidad. La formación de quelatos polidentados da por resultado un compuesto mucho más estable que cuando el metal se une solamente con un átomo ligante (monodentado). Esto se debe sobre todo a efectos entrópicos, ya que después de la primera coordinación las demás etapas suelen producirse liberando los ligandos coordinados anteriormente y aumentando así la entropía del sistema (Dieder, 2013).

La estabilidad de los quelatos varía con el metal y con los átomos ligantes. Por ejemplo, el mercurio y el plomo tienen mayor afinidad por el azufre y el nitrógeno que por el oxígeno. Estas diferencias sirven como base de la

acción de los quelatantes en el cuerpo humano. Los quelatos resultantes que se forman en el cuerpo son solubles en agua y se excretan intactos en gran parte por la orina, a una velocidad más rápida que la esperada para el metal en sí (Carpio, 2013).

#### **2.2.10. Clases de agentes quelantes**

Pueden dividirse en dos tipos de sustancias: orgánicas e inorgánicas. Dentro de los quelantes orgánicos se tiene los poliaminocarboxilos, principalmente las sales de EDTA, DTPA y NTA. Los quelantes poliaminocarboxílicos más utilizados son comúnmente designados por sus nombres abreviados (siglas). Estos secuestrantes de presentan principalmente en sus formas ácidas o de sales alcalinas: sódicas amónicas y de aminas (Rubio, 2013).

#### **2.2.11. Coordinación de ligandos**

En química de coordinación, un ligando es un ion o molécula que se une a un átomo de metal central para formar un complejo de coordinación. El enlace entre el metal y el ligando generalmente involucra la donación de uno o más pares de electrones del ligando. La naturaleza del enlace metal-ligando oscila entre el enlace covalente y el enlace iónico. Los ligandos en un complejo dictan la reactividad del átomo central, incluyendo las tasas de sustitución del ligando, la reactividad de los ligandos a sí mismos, y redox. Los ligandos se clasifican de muchas maneras: su carga, su tamaño, la identidad del átomo de coordinación, y el número de electrones donados al metal.

Los ligandos simples, como el agua o el anión cloruro, sólo forman un enlace con el átomo central y por ello se llaman monodentados. Algunos ligandos son capaces de formar múltiples enlaces de coordinación, y se describen como bidentados, tridentados, etc. El EDTA es hexadentado, lo cual le da una gran estabilidad a sus complejos (Dieder, 2013).

El proceso de enlace al ion metálico por más de una posición de coordinación por ligando se llama quelación. Los compuestos que forman complejos de esta forma se llaman agentes quelantes o quelatos, y, generalmente, tienen mucha mayor tendencia a formar complejos que sus

homólogos monocoordinantes. Uno de estos agentes quelantes, de importancia industrial, es el EDTA (Morcillo, 2016).

### 2.2.12. EI EDTA

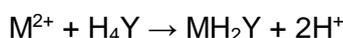
El ácido etilendiaminotetraacético, también denominado EDTA o con menor frecuencia AEDT, es una sustancia utilizada como agente quelatante que puede crear complejos con un metal que tenga una estructura de coordinación octaédrica. Coordina a metales pesados de forma reversible por cuatro posiciones acetato y dos amino, lo que lo convierte en un ligando hexadentado, y el más importante de los ligandos quelatos (Flaschca, 2012).

EDTA, ácido etilendiaminotetraacético, tiene cuatro carboxilos y dos grupos amino; grupos que pueden actuar como donantes de pares electrones, o bases de Lewis. La capacidad de EDTA para potencialmente donar sus seis pares de electrones para la formación de enlaces covalentes coordinados a cationes metálicos hace al EDTA un ligando hexadentado. Sin embargo, en la práctica EDTA suele estar parcialmente ionizado, y, por tanto, formar menos de seis enlaces covalentes coordinados con cationes metálicos (Bustamante, 2017).

El disodio EDTA se utiliza comúnmente para estandarizar las soluciones acuosas de cationes de metales de transición. Tenga en cuenta que la forma abreviada de  $\text{Na}_4$ .

$x\text{H}_x\text{Y}$  se puede utilizar para representar a cualquier especie de EDTA, con la designación de  $x$  número de protones ácidos enlazados a la molécula de EDTA.

EDTA forma un complejo octaédrico con la mayoría de cationes metálicos  $2+$ ,  $\text{M}^{2+}$ , en solución acuosa. La razón principal de que el EDTA se utiliza de manera amplia en la normalización de los cationes metálicos de soluciones es que la constante de formación para la mayoría de complejos cationes metálicos con EDTA es muy alta, lo que significa que el equilibrio de la reacción (Bingol, 2015):



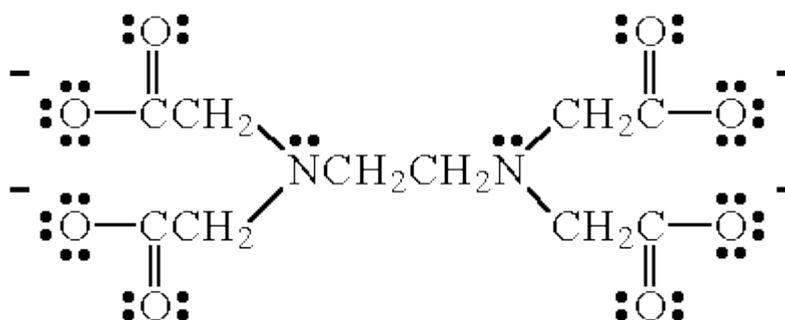
Se encuentra ahora a la derecha. Llevar a cabo la reacción en una solución tampón básico elimina  $\text{H}^+$ , cuando este se forma, lo que también

favorece la formación de los complejos de EDTA con cationes metálicos como producto de la reacción. Para la mayoría de los propósitos se puede considerar que la formación de los complejos EDTA con cationes metálicos es completa, y esta es la principal razón por el cual el EDTA se utiliza en valoraciones/estandarizaciones de este tipo (Astucuri, 2014).

### 2.2.13. El EDTA como agente quelante

La propiedad poco usual del EDTA es su capacidad para quelar o complejar iones metálicos en una relación compleja metal: EDTA 1:1. La forma completamente deprotonada del EDTA permite que se una a los iones metálicos formando complejos con casi todos los iones metálicos polivalentes con muchos cationes monovalentes, incluyendo metales alcalinos, los cuales son retenidos únicamente mediante interacciones débiles de intercambio catiónico, por lo que son desplazados rápidamente por metales pesados. Estos metales pesados son los elementos de transición que a través de sus orbitales "d" que se encuentran semillenos, permiten recibir pares electrónicos del ligando EDTA. Esto se explica a través del enlace de Lewis el cual el ion metálico central de un complejo es ácido de Lewis, que se caracteriza por aceptar pares de electrones de los ligandos, mientras que los grupos ligando del complejo son donadores de electrones constituyéndose como bases de Lewis (Dieder, 2013)

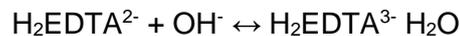
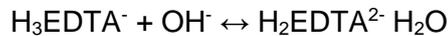
Figura N° 2: Formula del EDTA



Fuente: (Pavez, 2016)

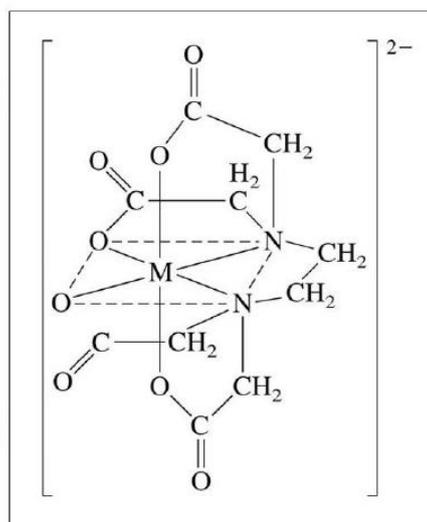
A pH bajos (3-4), los compuestos de EDTA llegan a estar cada vez más protonados, siendo las especies protonadas  $H_2EDTA^{2-}$  y  $H_3EDTA^-$ . El

incremento del pH no presenta la cantidad total de iones OH<sup>-</sup> liberados por que algunos de estos son consumidos en la deprotonación de las especies de EDTA en solución de acuerdo a (Rubio, 2013):



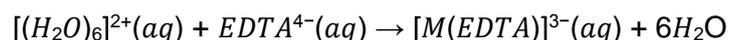
Es también posible que se puedan producir otras reacciones con el OH<sup>-</sup>. El EDTA coordina a metales de forma reversible a cuatro posiciones acetato a través de cuatro oxígenos y dos nitrógenos con el amino lo que lo convierte en un ligando hexadentado, puede formar complejos con un metal que tenga una estructura de coordinación octaédrica (figura z).

Figura N° 3: La coordinación EDTA con un metal



Fuente: (Pavez, 2016).

Estos complejos de EDTA, son obtenidos por la acción de los cationes con el EDTA<sup>4-</sup> en soluciones acuosas. La reacción es de sustitución del agua coordinada por el EDTA<sup>4-</sup> como indica la siguiente reacción (Mitchell, 2015)



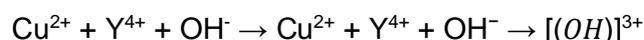
La reacción de los iones metálicos tiene lugar en todo el rango de pH; siempre y cuando, a ciertos pH's el ión metálico este en forma de quelato (solubilizado) o precipitado como hidróxido, según sea el valor de pk o pMOH (kps). Otros aniones presentes pueden competir con el complejante según su concentración y pH (Rubio, 2013).

Para el caso específico de la quelación del hierro en presencia de otros iones; indican, que el complejo Fe-EDTA predomina en las disoluciones ácidas debido a su gran estabilidad; así el ligando EDTA muestra preferencia por Fe (II Y III) a pesar de las altas concentraciones de iones  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$  en las disoluciones del suelo; excepto en los suelos alcalinos, donde las concentraciones de estos iones es alta y la muy baja solubilidad del hidróxido de Fe(III) favorecen la formación de complejos divalentes con EDTA; algunos investigadores mencionan que los agentes complejantes de EDTA forman complejos estables de cobre en un amplio rango de pH. Basados en los diagramas de fracciones de EDTA en función del pH señalan que el EDTA es el siguiente quelante más efectivo para extender la región de solubilidad del cobre (Carpio, 2013)

Cuando se lixivia iones de  $\text{Cu}^{2+}$  en presencia de  $\text{Fe}^{3+}$  la interferencia del hierro en la complejación del cobre con EDTA, podría ser esperada debido a su alta constante de estabilidad ( $\log K$ ) para la formación de complejos de EDTA. El  $\log k$  para el  $\text{Fe}^{2+}$ -EDTA (14,3 a 25 °C y  $\mu = 0,1$ ) es algo bajo; sin embargo la competitividad de las especies de Fe por la complejación con EDTA podría ser limitada por la baja solubilidad acuosa del Fe a pH Básico. Aquellos suelos que tienen elevado contenido de calizas ( $\text{CaCO}_3$ ) producen un efecto tampón que dificulta la solubilidad de los óxidos de hidróxidos de Fe. Por lo tanto, los factores que determinan la disponibilidad del Fe en el suelo, son el pH el tipo de mineral

del que procede, Así mismo ocurre en suelos alcalinos y calizos (pH 7,5 a 8,5) en los que el Fe se encuentra en forma de óxidos e hidróxidos de baja solubilidad (Rubio, 2013)

La ausencia de  $\text{Na}_4\text{EDTA}$  en un proceso de lixiviación hace que el ión  $\text{Cu}^{2+}$  lixivando en solución alcalina sea hidrolisado y los productos hidrolíticos formados se adhieran a la superficie de las partículas de mineral, evitando que la lixiviación continúe. Sin embargo la presencia de  $\text{Na}_4\text{EDTA}$  el ión  $\text{Cu}^{2+}$  lixivando (pH =13.5) a temperatura 358 °C, insuflando oxígeno por la reacción anódica es inminentemente consumido a través de la siguiente quelación (Konishi, Katoh, & Asai, 2012)



Además indican que es ampliamente aceptado que la quelación del ión cobre con el ligando EDTA libre ocurre instantáneamente e

irreversiblemente. Al parecer el hidróxido de sodio es el lixiviante, mientras que el EDTA actúa recién sobre el ion  $\text{Cu}^{2+}$  para quelarlo. Si se lixiviera solo con NaOH, inicialmente lixiviaría el mineral, pero al cabo de unos minutos se saturaría, debido a la presencia del precipitado de  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  formado. Sin embargo de estos planteamientos se deriva el interés para la comprobación o corrección de estas afirmaciones. Propusieron entre otras una ecuación que expresa la lixiviación del hidróxido cúprico actuación (Tomasek, 2014):



#### 2.2.14. Quelación del cobre

El cobre es un elemento de transición interna que posee 29 pares de electrones, pero cuando forma compuestos (hidróxidos, carbonatos, etc.), trabaja a menudo con su mayor valencia, implicando la pérdida de sus electrones. La mayoría de compuestos en estado acuoso se disuelven parcial o totalmente dando lugar al ion  $\text{Cu}^{2+}$  y sus radicales respectivos. Este ion con 27  $e^-$  reacciona con el agente complejante (EDTA) a pH básico, formando un ion complejo estable a través de enlaces covalentes coordinados, en donde el cobre puede aceptar 4 o 6 pares electrónicos enlazables; es decir 8 a 12  $e^-$  libres respectivamente del EDTA, de los cuales 4  $e^-$  corresponden a 8  $e^-$  a 4 oxígenos (Dieder, 2013).

Un pH alcalino, corresponde a cierta concentración de iones hidroxilo, provocara la formación de partículas insolubles de óxidos e hidróxidos metálicos, sustrayendo el ión metálico del quelato formado. Este antagonismo determinara la elección del secuestrante, y el más apto será el que para un metal y pH determinado tenga la máxima constante de estabilidad (Flaschca, 2012).

### 2.3. Definición de términos básicos

**EDTA:** El ácido etilendiaminotetraacético, también denominado EDTA o con menor frecuencia AEDT, es una sustancia utilizada como agente quelante que puede crear complejos con un metal que tenga una estructura de coordinación octaédrica. Coordina a metales pesados de forma reversible por cuatro posiciones acetato y dos

amino, lo que lo convierte en un ligando hexadentado, y el más importante de los ligandos quelatos (Sheppard, 2013)

**Lixiviación:** La lixiviación es un proceso por el cual se extrae uno o varios solutos de un sólido, mediante la utilización de un disolvente líquido. Ambas fases entran en contacto íntimo y el soluto o los solutos pueden difundirse desde el sólido a la fase líquida, lo que produce una separación de los componentes originales del sólido (Carpio, 2013)

**Quelante:** Un quelante, o secuestrante, o antagonista de metales pesados, es una sustancia que forma complejos con iones de metales pesados. A estos complejos se los conoce como quelatos, palabra que proviene de la palabra griega chele que significa "garra" (Astucuri, 2014)

**Cobre:** El cobre (del latín cuprum, y éste del griego kypros), cuyo símbolo es Cu, es el elemento químico de número atómico 29. Se trata de un metal de transición de color rojizo y brillo metálico que, junto con la plata y el oro, forma parte de la llamada familia del cobre, se caracteriza por ser uno de los mejores conductores de electricidad (el segundo después de la plata). Gracias a su alta conductividad eléctrica, ductilidad y maleabilidad, se ha convertido en el material más utilizado para fabricar cables eléctricos y otros componentes eléctricos y electrónicos (Sheppard, 2013).

**Potencial de hidrógeno:** también denominado pH, es el grado de acidez o basicidad que manifiesta el mineral disuelto en solución acuosa (Porrás, 2012).

**Agitación:** La agitación se refiere a forzar un fluido por medios mecánicos para que adquiera un movimiento circulatorio en el interior de un recipiente. El agitador crea un cierto tipo de flujo dentro del sistema, dando lugar a que el líquido circule por todo el recipiente y vuelva de vez en cuando al agitador (Bustamante, 2017).

**Temperatura:** La temperatura es una magnitud referida a las nociones comunes de calor medible mediante un termómetro. Así mismo, se define como una magnitud

escalar relacionada con la energía interna de un sistema termodinámico, definida por el principio cero de la termodinámica. Más específicamente, está relacionada directamente con la parte de la energía interna conocida como «energía cinética», que es la energía asociada a los movimientos de las partículas del sistema, sea en un sentido traslacional, rotacional, o en forma de vibraciones. A medida que sea mayor la energía cinética de un sistema, se observa que este se encuentra más «caliente»; es decir, que su temperatura es mayor (Bingol, 2015).

**Concentración:** La concentración de una solución es la proporción o relación que hay entre la cantidad de soluto y la cantidad de disolución o de disolvente, donde el soluto es la sustancia que se disuelve, el disolvente es la sustancia que disuelve al soluto, y la disolución es el resultado de la mezcla homogénea de las dos anteriores. A menor proporción de soluto disuelto en el solvente, menos concentrada está la solución, y a mayor proporción más concentrada está. Una disolución (solución) es una mezcla homogénea, a nivel molecular, de dos o más sustancias (Carpio, 2013).

**Tiempo:** El tiempo es una magnitud con la que medimos la duración o separación de acontecimientos. El tiempo permite ordenar los sucesos en secuencias, estableciendo un pasado, un futuro y un tercer conjunto de eventos ni pasados ni futuros respecto a otro. En mecánica clásica esta tercera clase se llama "presente" y está formada por eventos simultáneos a uno dado (Tomasek, 2014).

**Mineral:** Un mineral es una sustancia natural, de composición química definida, normalmente sólido e inorgánico, y que tiene una cierta estructura cristalina. Es diferente de una roca, que puede ser un agregado de minerales o no minerales y que no tiene una composición química específica. La definición exacta de un mineral es objeto de debate, especialmente con respecto a la exigencia de ser abiogénico, y en menor medida, a que deba tener una estructura atómica ordenada. El estudio de los minerales se llama mineralogía (Bingol, 2015).

## 2.4. Hipótesis

A medida que aumenta la concentración de etilendiaminotetraacétato de sodio y aumenta el tiempo de residencia, se incrementará el porcentaje de recuperación de cobre de un mineral tipo óxido de Salpo, La Libertad.

## CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

### 3.1. Operacionalización de variables

- Variable independiente:

A: concentración de etilendiaminotetraacétato de sodio (M): 0.10, 0.15, 0.20

B: tiempo de residencia (minutos): 60, 120, 180

- Variable dependiente:

Recuperación de cobre (% de recuperación).

**TABLA N° 02.** Definición operacional de las variables

VARIABLE	DEFINICIÓN CONCEPTUAL	DEFINICIÓN OPERACIONAL	DIMENSIONES	INDICADORES
VI: Concentración de EDTA	“proporción o relación que hay entre la cantidad de soluto y la cantidad de disolución o de disolvente.” (Bravo, 2012)	Cantidad de EDTA disuelta en solución acuosa	0.10 0.15 0.20	Molar (M)
VI: Tiempo de residencia	“magnitud con la que medimos la duración o separación de acontecimientos.” (Astucuri, 2014)	Duración de cada uno de los ensayos	60 120 180	minutos
VD: Recuperación de cobre	“Representa la relación existente entre la cantidad del mineral existente por tonelada de material analizado.” (Bravo, 2012)	Cantidad en porcentaje de cobre (ley de cobre) que se obtiene después de los ensayos	Porcentaje de recuperación de cobre	%

Fuente: Elaboración propia

### 3.2. Diseño de investigación.

#### 3.2.1. Según el propósito: Aplicada

Es aplicada por que se utilizaron los conocimientos en la práctica, para aplicarlos en provecho de la sociedad. Se tuvo como propósito dar solución a una situación o problema concreto e identificable como es la recuperación de cobre.

#### 3.2.2. Según el diseño de investigación: Experimental

Es experimental, debido a que es una situación de control en la cual se manipula de manera intencional las dos variables independientes de trabajo (Concentración de EDTA y tiempo de residencia) para analizar las consecuencias sobre la variable dependiente (recuperación de cobre).

#### 3.2.3. Según el tipo de investigación experimental: Experimental pura

Fue experimental pura ya que reunió dos requisitos:

- Control: Se formaron grupos de comparación (en uno de ellos se manipuló la variable).
- Validez interna: Los grupos se formaron aleatoriamente.

En este diseño se llegó a evaluar dos variables independientes y una dependiente. Así mismo se utilizaron pre pruebas y post pruebas para analizar la evolución de los grupos antes y después del tratamiento experimental de recuperación de cobre.

**TABLA N° 03.** Esquema del proceso experimental - puro

Grupo	Asignación	Pre Prueba	Tratamiento con Citrus cinensis	Post Prueba
Grupo estudio	R	Pre test 1	X	Post test 2
Grupo control	R	Pre test 3	-	Post test 4

Fuente: Elaboración propia

### 3.3. Unidad de estudio

La unidad de estudio estuvo constituida por 20 gramos de mineral oxidado utilizado en cada prueba

### 3.4. Población

La población lo constituyó mineral oxidado proveniente del distrito de Salpo, provincia de Julcán, departamento de La Libertad.

### 3.5. Muestra

La muestra estuvo constituida por 40 kg de mineral oxidado proveniente del distrito de Salpo, provincia de Julcán, departamento de La Libertad.

**TABLA N° 04.** Ley de cobre inicial del mineral de estudio.

Propiedad	Valor
Ley de cobre	3.73 %

Fuente: Laboratorio de análisis químicos de la Universidad Nacional de Trujillo, 2018

### 3.6. Técnicas, instrumentos y procedimientos de recolección de datos

#### 3.6.1. Técnicas de recolección de datos

Se empleó la técnica de espectrofotometría, la cual es un método de análisis químico cuantitativo en el laboratorio que se utiliza para determinar la concentración desconocida de cobre presente en la solución.

#### 3.6.2. Instrumentos y materiales

##### A. Instrumentos y equipos:

##### A.1. Espectrofotómetro de Absorción Atómica Shimadzu 8800.

Equipo que se basa en la Ley de Beer para cuantificar la concentración de la muestra, la cual nos dice que la concentración es proporcional a la absorbancia ( $C=kA$ ). En Absorción Atómica la

función de la llama es atomizar la muestra que luego es absorbida por una lámpara de cátodo hueco, específico para cada elemento.

**Uso:** Determinación de metales pesados a nivel de pequeñas concentraciones (ppm, ppb) en fluidos, aire, y alimentos.

**Aplicación:** Determinación de metales pesados en residuos y/o relaves mineros, alimentos, aguas contaminadas, aire contaminado, etc.

#### **A.6. pH metro Hanna modelo HI 8424.**

Equipo cuyo principio es la medición de milivoltajes, el cual mediante una conversión se determina la diferencia de potencial Ion hidronio.

**Uso:** Determinación de pH de una muestra para análisis utilizando un electrodo adecuado.

**Aplicación:** Determinación de PH en soluciones acuosas, alimentos, relaves mineros, bebidas, etc.

#### **A.5. Equipo de filtración.**

Consta de un embudo cerámico con un soporte para filtro, trampa de succión y bomba de vacío.

**Uso:** Acelerar la separación de un sólido (solute) y un solvente de una solución.

**Aplicación:** Separación de solutos que no reaccionan con el solvente, separación de carbón activado, tierra de diatomeas y otros tipos de adsorbentes.

#### **A.6. Balanza analítica “Sartorius”.**

Equipo cuyo principio es una bobina centrada en el que su movimiento genera una carga eléctrica que es procesada, derivada y transformada a una unidad de peso.

**Uso:** Medir el peso de materiales.

**Aplicación:** Medir pesos, pesar solutos, calibrar materiales de vidrio volumétrico.

## B. Materiales y reactivos

- Fiolas de 250 ml, Clase A
- Vasos de precipitado de 100,400,1000 mL
- Matraces erlenmeyer de 100,250 mL
- Pipetas volumétricas (5mL,10mL, 15mL y 25 mL) Clase A
- Baguetas de vidrio
- Embudos de vidrio de vástago largo
- Espatula de acero inoxidable
- Piscetas
- Buretas
- Papel filtro Whatman N 40
- Cinta de pH.
- Soporte de madera para embudos
- Etilendiaminotetraacético (EDTA)
- bicarbonato de sodio
- hidróxido de sodio

### 3.6.3. Procedimiento de recolección de datos

El presente estudio se desarrolló siguiendo el siguiente procedimiento experimental:

#### 1° Trabajos previos al trabajo de experimentación

- Se trabajó con 40 Kg de mineral oxidado de cobre. El cual será chancado y pulverizado en el laboratorio de Concentración de Minerales de la Escuela Profesional de Ingeniería Metalúrgica U.N.T. Trujillo, hasta una granulometría de -200. Luego este será cuarteado hasta quedar 2 kg de mineral del cual se tomarán 1000 g los cuales serán enviados al laboratorio para el análisis químico de cobre y el análisis de la composición del mineral.
- Se trabajó con Etilendiaminotetraacético (EDTA), bicarbonato de sodio e hidróxido de sodio. El EDTA. Las especificaciones del EDTA fórmula ( $\text{Na}_3\text{EDTA}$ ), concentración del EDTA a un 87% a un pH 12 ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ).

- Estos conceptos, junto con los conceptos teóricos encontrados ayudaron a validar las pruebas preliminares y subsecuentemente en las pruebas experimentales definitivas del trabajo cuyas metodologías se basarán en pruebas.
- Se trató de lixiviar muestras de mineral de 20 gramos. Cada una bajo los siguientes parámetros de temperatura ambiente, pH de 12 y tiempo de agitación de 60, 120 y 180 minutos además de esto con una cantidad de 0.10, 0.15 y 0.20 M de EDTA por muestra.
- Lo que se deseó encontrar fue el porcentaje de recuperación que nos da la lixiviación.

## 2° Cálculos estequiométricos previos a la lixiviación de mineral oxidado de cobre

- Antes de llevar a cabo las pruebas en el laboratorio se decidió usar 20 g de mineral. Luego se realizarán los cálculos estequiométricos, (considerando la solubilidad del EDTA y la molaridad deseada de 0,10, 0.15 y 0,20 molar) para saber la cantidad de EDTA a emplear, asumiendo una ley de cabeza de cobre de 3.73 %

$$20 \text{ g mineral} \text{ =====> } 100\%$$

$$X \text{ =====> } 3.73\%$$

$$\Rightarrow X = 0.746 \text{ g de}$$

- Por estequiometria y solubilidad se calculó la cantidad de EDTA. La reacción molar del Cu al EDTA es de 1:1 debido a la forma completamente deprotonada del EDTA permitiendo que se unan a los iones metálicos

$$0.746 \text{ g Cu} * \frac{1 \text{ mol Cu}}{63.546 \text{ g Cu}} = 0.0117395272 \text{ mol Cu}$$

$$0.0117395272 \text{ mol Cu} * \frac{1 \text{ mol EDTA}}{1 \text{ mol Cu}} = 0.0117395272 \text{ mol EDTA}$$

- Puesto que la investigación estuvo basada en minerales oxidados de cobre, entonces había una parte de EDTA que podría tal vez reaccionar con el mineral sulfurado de cobre y con otras sustancias , aunque se

sabe que para lixiviar un mineral sulfurado previamente se tiene que tostar con el fin de oxidarlo Reduciendo así la cantidad útil de EDTA. Para una molaridad de 0,1:

$$\frac{0.0117395272 \text{ mol EDTA}}{0.1 \text{ mol/L}} * \frac{1000 \text{ ml solución}}{1 \text{ L solución}} = 117.3952 \text{ ml de solución}$$

$$\frac{0.1 \text{ mol EDTA}}{1000 \text{ ml solución}} * \frac{372.2422 \text{ g de EDTA}}{1 \text{ mol de EDTA}} * 117.3952 \text{ ml de solución} \\ = 4.369947 \text{ g EDTA}$$

➤ Para una molaridad de 0.15 M:

$$\frac{0.15 \text{ mol EDTA}}{1000 \text{ ml solución}} * \frac{372.2422 \text{ g de EDTA}}{1 \text{ mol de EDTA}} * 117.3952 \text{ ml de solución} \\ = 6.5549 \text{ g EDTA}$$

➤ Para una molaridad de 0.20 M:

$$\frac{0.2 \text{ mol EDTA}}{1000 \text{ ml solución}} * \frac{372.2422 \text{ g de EDTA}}{1 \text{ mol de EDTA}} * 117.3952 \text{ ml de solución} \\ = 8.7398895 \text{ g EDTA}$$

➤ Siendo que para el primer caso se requirió 4,369947 g de mineral, en el segundo caso 6,5549 g y en el punto tercero 8,7398895 g de EDTA. Para realizar las pruebas estas se calculó para el caso 1 con una molaridad de 0,1 y 120 ml de solución que emplearon:

$$4.369947 \text{ g EDTA} \text{ =====> } 117.3952 \text{ ml de solución}$$

$$X \text{ =====> } 120 \text{ mll de solución}$$

$$\Rightarrow X = 4.4669 \text{ g EDTA}$$

➤ Además se consideró el porcentaje de concentración del reactivo EDTA Insuquímica, siendo este de 87%.

$$4.4669 \text{ g EDTA} \text{ =====> } 87 \% \text{ de concentración}$$

$$X \text{ =====> } 100 \% \text{ de concentración}$$

$$\Rightarrow X = 5.1343 \text{ g EDTA}$$

- Para ambos casos se agregó el 21,75% de EDTA, considerando en contenido de otros metales contenidos en el mineral que pudieron consumir reactivo.

$$\frac{121.77 * 5.1343 \text{ g EDTA}}{100} = 6.2521 \text{ g de EDTA}$$

- Para el caso 2 del punto medio, con una molaridad de 0,15 y 120 ml de solución se emplearon:

$$6.5549 \text{ g EDTA} \implies 117.3952 \text{ ml de solución}$$

$$X \implies 120 \text{ ml de solución}$$

$$\Rightarrow X = 6.7003 \text{ g EDTA}$$

- Además se consideró el porcentaje de concentración del reactivo EDTA Insuquímica, siendo este de 87%.

$$6.7003 \text{ g EDTA} \implies 87 \% \text{ de concentración}$$

$$X \implies 100 \% \text{ de concentración}$$

$$\Rightarrow X = 7.7015 \text{ g EDTA}$$

- Para ambos casos se agregó el 21,75% de EDTA, considerando en contenido de otros metales contenidos en el mineral que pudieron consumir reactivo.

$$\frac{121.77 * 7.7015 \text{ g EDTA}}{100} = 9.3781 \text{ g de EDTA}$$

- Para el caso 3, con una molaridad de 0,20 y 120 ml de solución se emplearon:

$$8.7398895 \text{ g EDTA} \implies 117.3952 \text{ ml de solución}$$

$$X \implies 120 \text{ ml de solución}$$

$$\Rightarrow X = 8.9338 \text{ g EDTA}$$

- Además se consideró el porcentaje de concentración del reactivo EDTA Insuquímica, siendo este de 87%.

$$8.9338 \text{ g EDTA} \implies 87 \% \text{ de concentración}$$

$$X \text{ =====> } 100 \% \text{ de concentración}$$

$$\Rightarrow X = 10.2687 \text{ g EDTA}$$

- Para ambos casos se agregará el 21,75% de EDTA, considerando en contenido de otros metales contenidos en el mineral que pudieran consumir reactivo.

$$\frac{121.77 * 10.2687 \text{ g EDTA}}{100} = 12.5042 \text{ g de EDTA}$$

### 3° Preparación de solución lixiviante

- Se emplearon fioles de 250 ml. Para preparar las soluciones lixiviantes a diferentes pH. Para lo cual se siguió el siguiente procedimiento: se pesó en una balanza "Sartorius" de cuatro decimales, 7 g de bicarbonato de sodio ( $\text{NaHCO}_3$ ). Se colocó en una fiola de 250 ml según como correspondía a la prueba a realizar dependiendo de la concentración de  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ , requerida para realizar dicha prueba. Por otro lado se pesó el  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ , 6,2520 g, 12,5042 g, y 9,3781 g. cantidades requeridas para realizar cada prueba de acuerdo a los cálculos realizados, en una balanza "Sartorius" de cuatro dígitos y se colocó en la misma fiola, seguidamente se midió el pH en un pH-metro 827 lab METROHM después se fue añadiendo gota a gota la solución de hidróxido de sodio previamente preparada, hasta alcanzar el pH deseado en cada prueba a un valor de pH = 12 este procedimiento se repitió 3 veces.
- Para el caso de las pruebas se realizaron a temperatura ambiente. En cada caso se colocaron las muestras en un vaso de precipitados de 500 ml de capacidad, limpio y seco, seguidamente se añadió con sumo cuidado 20 gr. de mineral pesados en una balanza "Sartorius" de cuatro dígitos. Se añadieron 120 ml de las fioles de 250 ml ya que estas se calcularán la molaridad del  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ , se registró el tiempo con un teléfono celular sincronizado con un contador de tiempo universal por internet. Se pasó a agitar por tiempos de 60, 120 y de 180 minutos. Durante este tiempo se midió la temperatura en intervalos de tiempo de cada 5 minutos. Todas las muestras se lixiviaron a con la misma

velocidad de agitación siendo de 600 rpm/min. Seguidamente se cogieron 10 ml de solución lixiviada y esta se filtró en un dispositivo de filtración al vacío, provisto de un kitasato de 500 ml de capacidad limpio y seco y una trompa de agua y embudo buchner de 4,5 mm de diámetro, provisto de 5 capas de papel filtro semilento luego de filtrar esta solución 3 repeticiones. Se extrajo 2 ml con una pipeta volumétrica de clase A, de la solución filtrada y se agregan en una fiola de 25 ml clase A, limpia y seca luego se enrazó con agua destilada. Seguidamente se colocó esta solución en un frasco cebado por esta solución, se rotula con el N° de prueba y se reserva para su posterior análisis químico de cobre en el espectrofotómetro UV/UVIS DOUBLE BEAN UNICO modelo 4802 de la Escuela Profesional de Ingeniería Metalúrgica de la UNT – Trujillo. La variable dependiente analizada fue el porcentaje de cobre obtenido y las variables independientes fueron la concentración de  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  y el Tiempo de agitación.

### **3.7. Métodos, instrumentos y procedimientos de análisis de datos**

Los instrumentos que se utilizaron fueron tablas de Excel, gráficos y Cálculos de análisis de varianza los cuales sirvieron para recopilar y analizar la información, de los resultados de la recuperación de cobre con los diferentes parámetros de concentración de EDTA y tiempo de residencia.

## CAPÍTULO 4. RESULTADOS

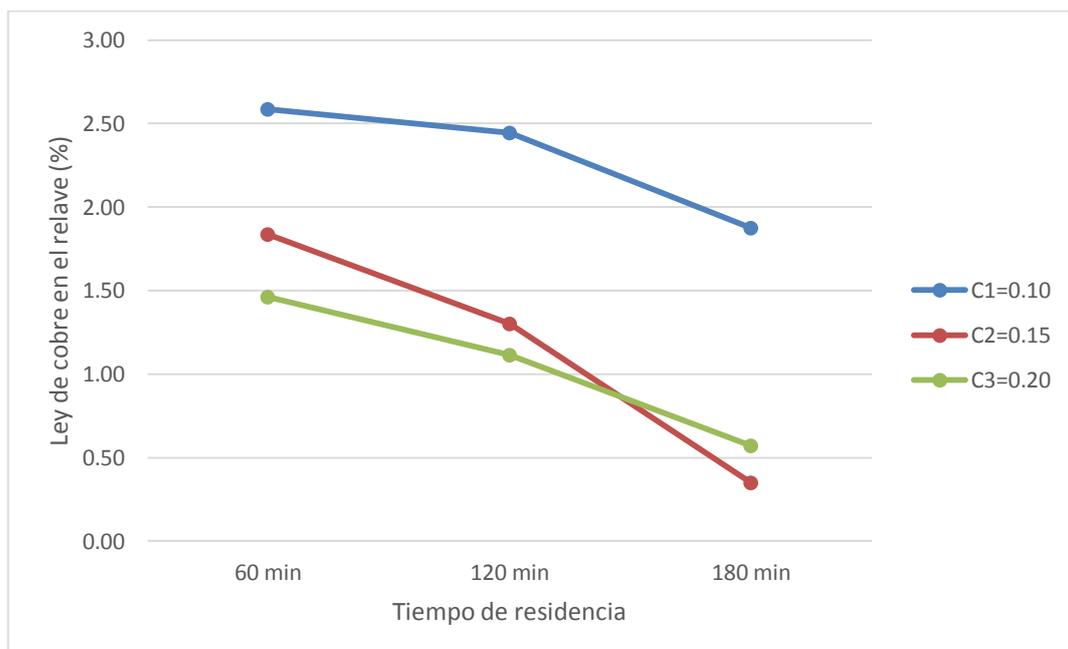
Los resultados de las diferentes pruebas experimentales para hallar la recuperación de cobre, variando la concentración de EDTA y el tiempo de residencia, se muestra a continuación.

**TABLA N° 05.** Ley de cobre en el relave después de realizar los ensayos (Ley<sub>i</sub> = 3.73 %)

Diseño	B: tiempo de residencia (minutos)			
	60	120	180	
A:	0.10	2.59	2.44	1.87
Concentración	0.15	1.84	1.30	0.35
de EDTA (molar)	0.20	1.46	1.11	0.57

Fuente: Elaboración Propia

**FIGURA N° 04.** Resultados de la Ley de cobre en el relave después de realizar los ensayos (Ley<sub>i</sub> = 3.73 %Cu) con la influencia de la concentración de EDTA y el tiempo de residencia



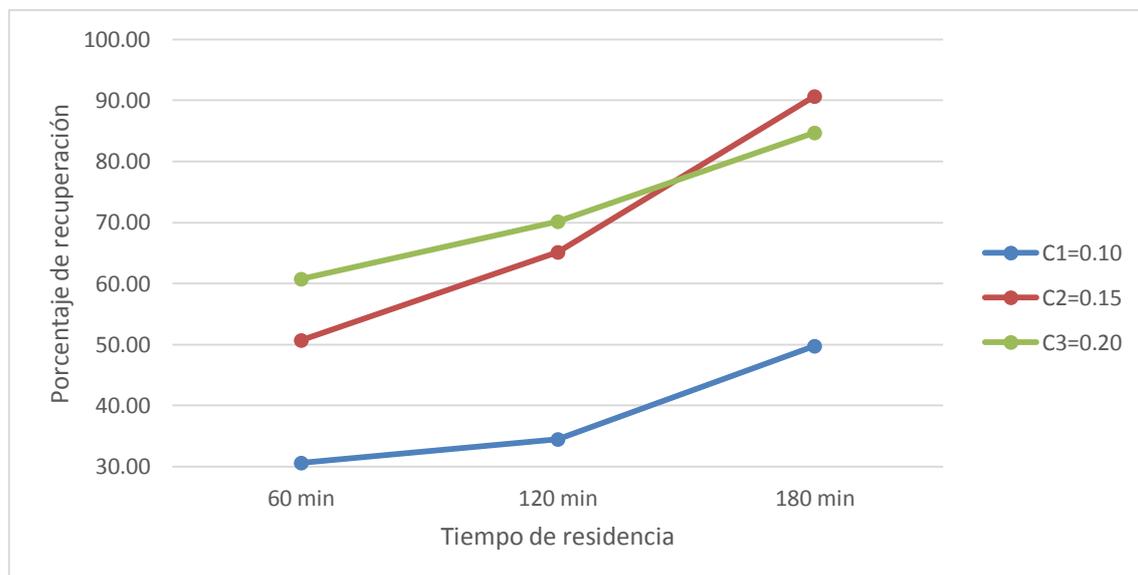
Fuente: Elaboración Propia

**TABLA N° 06.** Porcentaje de recuperación de cobre después de realizar los ensayos

Diseño	B: tiempo de residencia (minutos)			
	60	120	180	
A:	0.10	30.65	34.49	49.78
Concentración	0.15	50.73	65.15	90.65
de EDTA (molar)	0.20	60.87	70.15	84.73

Fuente: Elaboración Propia

**FIGURA N° 05:** Resultados del porcentaje de recuperación de cobre después de realizar los ensayos, con la influencia de la concentración molar del EDTA y el tiempo de residencia.



Fuente: Elaboración propia

En el resultado se puede apreciar que a 60 minutos y 0.10 M de EDTA se recuperó un promedio de 30.65 % y la mayor recuperación se obtuvo a 180 minutos y 0.15 M de EDTA, obteniéndose un 90.65%.

## CAPÍTULO 5. DISCUSIÓN

De los resultados obtenidos experimentalmente se observa que existen variables que son posibles de manipular de tal manera que se obtiene altos niveles de recuperación de cobre y está directamente relacionado con la concentración de EDTA y el tiempo de residencia.

A mayor concentración de EDTA y tiempo de residencia mayor será la recuperación de cobre, encontrándose que la mayor recuperación se obtuvo a 180 minutos y 0.15 M de EDTA, obteniéndose un 90.65%.

Tales resultados fueron corroborados con estudios que han sido llevados a cabo con el propósito de evaluar la lixiviación de minerales sintéticos y naturales con EDTA. Muestras de minerales de covelita ( $\text{CuS}$ ) natural polidispersadas de 0,5 g fueron lixiviadas con solución de EDTA al 0,1 M, un rango de pH entre 7 y 13. Las Temperaturas empleadas fueron variables, con agitación mecánica dos veces al día; dando como resultado altas recuperaciones sobre el 90% a una concentración de 0,069 M de EDTA a 23 °C y a un pH de 10,97. La velocidad de disolución lineal del cobre aumenta al aumentar el pH desde 7, llegando a un máximo cerca de 10; descendiendo a pH 11 y luego subiendo levemente a elevar más el pH (Tomasek, 2014).

Un incremento de pH al lixiviar  $\text{Cu}_2\text{S}$  con EDTA, aumentando la presión de oxígeno dio como resultado un incremento en la velocidad de disolución logrando los más altos valores en la región de pH entre 11,-12. Así mismo la velocidad de disolución se incrementó con el aumento de la concentración de EDTA (Sheppard, 2013).

Otros Investigaron la aplicación EDTA a carbonatos y silicatos. Logrando altas velocidades de lixiviación a pH entre 9 – 9,5. La extracción de cobre se incrementó con el incremento de la concentración y temperatura (Tomasek, 2014).

Otros investigadores estudiaron la lixiviación de cobre desde las partículas de chalcosita ( $\text{Cu}_2\text{S}$ ) natural, con soluciones alcalinas en  $\text{Na}_4\text{EDTA}$ , en presencia de oxígeno a presión atmosférica, agitación constante y temperatura entre 348 y 367 K, pesando 0,25.0,5 g de chalcosita del tamaño deseado a concentraciones entre 40, 60 120  $\text{mol m}^{-3}$  de EDTA a pH entre 12,7 a 13,5 con NaOH. La fuerza iónica fue mantenida constante a 2400  $\text{mol m}^{-3}$   $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . La fase gaseosa fue  $\text{O}_2$  o la mezcla de  $\text{N}_2$  y  $\text{O}_2$  las cuales fueron saturadas con vapor de agua. La fracción molar de oxígeno fue desde 0,753-0,0859. La duración del

experimento fue entre 480 minutos. Tuvieron reacciones consecutivas, donde el producto sólido de la 1ra reacción (covelita) llegó a ser el reactante para la 2da reacción. Y finalmente obtuvieron  $\text{Cu}_2\text{EDTA}_3$ . Concluyendo que el cobre lixiviado dentro de las soluciones alcalinas era inminentemente consumidas por la quelación del cobre (II) con EDTA (Konishi, Katoh, & Asai, 2012).

La lixiviación de cobre a partir de covelita ( $\text{CuS}$ ) natural en soluciones alcalinas conteniendo oxígeno con  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ , a presión atmosférica y a temperatura entre 74.85 y 93.85 también se investigó obteniendo resultados satisfactorio (Petrucci, HARwood, & Herring, 2014) La lixiviación de óxido de cobre (II) comercial sinterizado dentro de un disco con resina, fue llevada a cabo con soluciones de EDTA a concentraciones  $3 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$ , en una cantidad de  $0,475 \text{ dm}^3$  y  $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$  de  $\text{NaClO}_4$ , a temperatura de 80 °C, durante 5 h de lixiviación. Donde la extracción de iones  $\text{Cu}^{2+}$  a las condiciones experimentales mencionadas fue aumentada a partir de pH 4 siendo esta, mayor a pH 7,5 y descendiendo a incrementar el pH hasta 11. Las altas concentraciones de EDTA dieron como resultado altas extracciones de Cu (II) disuelto y por tanto promovió la disolución del CuO. Al aumentar el pH a partir de 8,5 hasta 11 aproximadamente, las pendientes del tiempo de lixiviación vs extracción de Cu (II) fueron menores cada vez respectivamente (Sheppard, 2013)

Otros Investigaron la solución de  $\text{Cu}_2\text{S}$  en soluciones de EDTA con insuflación de oxígeno. Determinando que a presiones altas de oxígeno y pH altos lograron una influencia positiva solamente sobre los procesos cinéticos. La disolución de  $\text{Cu}_2\text{S}$  en soluciones acuosas de EDTA se dio en dos pasos con la formación de CuS intermedio. En soluciones acuosas de EDTA se dio en dos pasos con la formación de CuS intermedio. En soluciones ácidas y neutras, Siendo los productos finales de la disolución azufre e ion complejo  $\text{Cu}(\text{EDTA})^{2-}$  (Mitchell, 2015)

## CONCLUSIONES

Existe influencia significativa de la concentración del EDTA y tiempo de residencia sobre la recuperación de cobre de mineral tipo óxido proveniente de Salpo.

Se determinó que la concentración de EDTA óptima en la recuperación de cobre fue a 0.15 M.

Con respecto al tiempo de residencia, el parámetro más adecuado se obtuvo a 180 minutos, obteniéndose un valor de recuperación de 90.65 %

Finalmente se concluye que mediante el análisis de varianza a un nivel de significancia de 95%, la relación concentración de EDTA y el tiempo de residencia influyen significativamente en la recuperación de cobre, tanto de manera individual como en su interacción.

## RECOMENDACIONES

Se recomienda realizar una investigación abordando otras variables como pH, velocidad de agitación, entre otras

Realizar otros tipos de análisis espectrofotométricos o químicos para determinar qué otros elementos metálicos contiene y predecir de mejor manera el posible comportamiento fisicoquímico de la prueba.

## REFERENCIAS

- Aduvire, O. (2012). *Drenaje Ácido de Mina Generación y Tratamiento*. Madrid: Instituto Geológico y Minero de España, Dirección de Recursos Mineros y Geoambiente.
- Astucuri, V. (2014). *Introducción al procesamiento de minerales*. Lima: Universidad de Lima.
- Avila, B. R. (2014). El intercambio ionico, su descripción y comportamiento químico. En B. R. Avila, *El intercambio ionico, su descripción y comportamiento químico*. (págs. 27-30). Mexico. Obtenido de <http://www.monografias.com/trabajos-pdf5/manual-flotacion-minerales/manual-flotacion-minerales2.shtml>
- Bedoya, J. (2009). *Propuesta Metodológica para el Manejo de Acuíferos Costeros: El Problema de la Intrusión Salina*. Medellín.
- Bingol, D. (2015). *Disolución Kinetics of malachite in ammonia/ammonium . Carbonate*. Hidrometalurgy.
- Bravo, A. (2012). *Manual de procesamiento de minerales*. Obtenido de <http://www.monografias.com/trabajos-pdf5/manual-flotacion-minerales/manual-flotacion-minerales2.shtml>
- Bustamante, M. (2017). *Química Analítica Cuantitativa Aplicada a Minerales*. Arequipa: Universidad Nacional de San Agustín. Arequipa.
- Carbotecnia. (s.f.). <https://www.carbotecnia.info/encyclopedia/intercambio-ionico/>.
- Carpio, D. (2013). *Concentración de minerales*. Lima: Tecsup.
- Cortés, R. (2007). *Efecto de la modificación de una Zeolita natural mexicana en la sorción de cadmio y 4-clorofenol*. Toluca: Universidad Autónoma del estado de México.
- Dieder, A. (2013). *Formación de complejos: EDTA y Quelatos*. Manizales: Universidad Nacional de Colombia - sede Manizales.
- Flaschca, H. (2012). *EDTA Titration*. New York: Library of Congreso Catalog Card N° 58-59790.
- Gil, J. (2012). *Tratamiento electroquímico para la remoción de metales pesados en residuos líquidos peligrosos generados en los laboratorios de docencia en la Univeridad de Cauca*. Santiago de Cali .

- Grande, J. (2016). *Drenaje ácido de mina en la faja pirítica ibérica: Técnicas de estudio e inventario de explotaciones*. Huelva: Alonso Barba.
- Hidalgo, F., & Guamán, M. (2006). *Diseño y construcción de un desmineralizador de lecho múltiple*. Huayaquil: Universidad de Huayaquil.
- Konishi, Y., Katoh, H., & Asai, S. (2012). *Leaching kinetics of Cooper from Natural Chalcocite in alkaline Na<sub>4</sub>EDTA Solutions*. Japan: American Institute Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers Warren dale vol. 22.
- koog, D., West, D., & Holler, F. (2000). *Química Analítica*. Medellín: McGraw – Hill.
- López, J., Loredó, J., & Pernía, J. (2013). *Investigación y gestión de los recursos del subsuelo*. Madrid: Inforama S.A.
- Mendoza, J., Guerrero, L., Bustos, C., & Arias, M. (2014). *Tratamiento electroquímico de aguas residuales en la industria textil, realizado en Viveros de Oaxaca 4 en México*. Mexico.
- Mitchell, P. (2015). *Metal Complexes of EDTA: an Exercise in Data Interpretation, Journal of Chemical Education Department of Chemistry*. U.S.A.: University. Eaton Pa U.S.A.
- Morcillo, J. (2016). *Temas básicos de química*. Alhmbra: Alhambra University.
- Moreira, J., Duarte, L., Nandenha, C., & Marcelo, M. (2008). *Estudio del mecanismo de remoción de hierro y cobre presentes en aceites lubricantes usados mediante Bioadsorción*. Brasil: Universidad Federal de Rio Grande do Norte.
- Nemerow, N., & Dasgupta, A. (2014). *Tratamiento de vertidos industriales peligrosos*. Madrid: Materprint.
- Noguerol, J. (2013). *ecnologías limpias para la reducción de contaminantes y la recuperación de solutos de fuentes hidrotermales mediante resinas de intercambio iónico*. . Barcelona: Universidad Autónoma de Barcelona.
- Pavez, O. (2016). *Apuntes de concentración de minerales*. Atacama: Universidad de Atacama.
- Perry, R. (2001). *Manual del ingeniero químico*,.
- Petrucci, R., HARwood, W., & Herring, F. (2014). *Química General. 8ª ed. Capítulo 15*. Prentice Hall.

- Porras, D. (2012). *Concentración de minerales*. Lima: Tecsup.
- Remore, F. (2012). *Fundamentos de Química*. México: Prentice Hall.
- Reyes, I. (2015). *Procesamiento de Minerales II*. Trujillo: Universidad nacional de trujillo.
- Rodriguez, J., & Rodriguez, M. (2015). *Implementación de un reactor electrolítico con electrodo de cilindro rotatorio para la remoción de Cu(II) en medio ácido*. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander.
- Rohmihaas, D. (2007). *AMBERJET 1500 H Industrial grade strong acid cation exchanger*.
- Rubio, J. (2013). *Nuevas tecnologías para el tratamiento de partículas minerales finas y ultrafinas*. Atacama: Universidad de Atacama.
- Salas, R., Torres, D., Reyes, P., & García, C. (2016). *Efectividad de las resinas de intercambio iónico para la eliminación de hierro en aguas subterráneas*. Maracaibo: Universidad Rafael Undaneta.
- Sheppard, C. (2013). *Groundwater and Soil Cleanup: Improving Management of Persistent Contaminants*. Boston.
- Tomasek, J. (2014). *Dissolution of secondary copper sulphides using complex-forming agents (EDTA, EDA). Part II: Chalcocite dissolution in EDTA and EDA*. New York: International Journal de Mineral Processing.
- Villas, R., & Medina, M. (2015). *Tecnologías Limpias en las industrias extractivas minero - metalúrgicas y petrolera*. Concepción: Mario Sánchez Editores.
- Yupari. (2014). *Pasivos ambientales mineos en Sudamérica*. Lima: CEPAL, Instituto federal de Geociencias y Recursos Naturales. BGR, y el Servicio Nacional de Geología y Minería, SERNAGEOMIN.

## APÉNDICE

### Apéndice I: Resultados de las pruebas de recuperación de cobre.

**TABLA I.** Resultados de la ley de cobre en el relave (%) después de realizar los ensayos (Ley<sub>i</sub> = 3.73 %)

		Tiempo de residencia (minutos)					
		60		120		180	
[EDTA], M	0.10	2.52		2.38		1.93	
		2.63	2.59	2.51	2.44	1.85	1.87
		2.61		2.44		1.84	
	0.15	1.93		1.26		0.32	
		1.84	1.84	1.34	1.30	0.28	0.35
		1.74		1.30		0.45	
	0.20	1.52		1.15		0.55	
		1.40	1.46	1.10	1.11	0.62	0.57
		1.47		1.09		0.54	

Fuente: Elaboración propia

Se aplicó la siguiente fórmula, a los datos de las leyes encontradas en las muestras de la solución de estudio, después del proceso de flotación, a fin de obtener valores de los porcentajes de eficiencia de recuperación.

$$\eta = \frac{Li - Lf}{Li} * 100$$

Donde:

- $\eta$  = porcentaje de recuperación de cobre (%).
- $Li$  = concentración inicial de cobre.
- $Lf$  = concentración final de cobre.

Ejemplo de cálculo:

$$Li = 3.73 \%$$

$$Lf = 2.52 \%$$

$$\eta = \frac{3.73 - 2.52}{3.73} \times 100$$

$$\eta = 32.44 \%$$

De la misma manera se procedió al cálculo de todos los porcentajes de recuperación de cobre a partir de los datos de ley en el relave, tal como se muestra a continuación

**TABLA II.** Tabla resumen del Porcentaje (%) de recuperación de cobre

		Tiempo de residencia (minutos)					
		60		120		180	
[EDTA], M	0.10	32.44		36.19		48.26	
		29.49	30.65	32.71	34.49	50.40	49.78
		30.02		34.57		50.68	
	0.15	48.26		66.22		91.42	
		50.67	50.73	64.08	65.15	92.49	90.65
		53.26		65.16		88.04	
	0.20	59.25		69.17		85.25	
		62.47	60.78	70.51	70.15	83.38	84.73
		60.62		70.77		85.56	

Fuente: Elaboración propia

## Procesamiento estadístico de datos

### 1. Cálculos para el análisis de varianza (ANVA)

Permite determinar si las medias de cada nivel o tratamiento son estadísticamente diferentes. Para su determinación se procedió como se indica a continuación.

#### 1.1. Datos previos

##### 1.1.1. Planteamiento de hipótesis

Hipótesis Nula ( $T H_0$ ): A medida que aumenta la concentración de EDTA, no afecta el incremento de la recuperación de cobre en mineral tipo óxido, proveniente de Salpo, La Libertad.

Hipótesis Nula ( $T H_1$ ): A medida que aumenta la concentración de EDTA, afecta el incremento de la recuperación de cobre en mineral tipo óxido, proveniente de Salpo, La Libertad.

Hipótesis Nula ( $\beta H_0$ ): A medida que aumenta el tiempo de residencia, no afecta el incremento de la recuperación de cobre en mineral tipo óxido, proveniente de Salpo, La Libertad.

Hipótesis Alterna ( $\beta H_1$ ): A medida que aumenta el tiempo de residencia, afecta el incremento de la recuperación de cobre en mineral tipo óxido, proveniente de Salpo, La Libertad.

Hipótesis Nula ( $T\beta H_0$ ): A medida que aumenta la concentración de EDTA y el tiempo de residencia, no afecta el incremento de la recuperación de cobre en mineral tipo óxido, proveniente de Salpo, La Libertad.

Hipótesis Alterna ( $T\beta H_1$ ): A medida que aumenta la concentración de EDTA y el tiempo de residencia, afecta el incremento de la recuperación de cobre en mineral tipo óxido, proveniente de Salpo, La Libertad.

##### 1.1.2. Nivel de significancia

En ingeniería se trabaja con un 95 % de confianza ( $\alpha=0.05$ )

### 1.1.3. Criterio de rechazo

Se rechaza la hipótesis nula ( $H_0$ ) si  $F_0 > F_{\alpha, v_1, v_2}$ , donde el  $F_0$  se obtiene experimentalmente y el  $F_{\alpha, v_1, v_2}$  se obtiene de tablas (Anexo 5).

## 1.2. Cálculos para el ANVA de la remoción de hierro

### 1.2.1. Presentación de datos

En la Tabla XII se presentan los datos individuales Del % de recuperación de cobre, que permiten realizar el análisis de varianza respectivo.

**Tabla III.** Ley de cobre en el relave

Factor	Tiempo de residencia (minutos)									$\sum Y_i$	$Y_{i, \text{prom}}$
	60			120			180				
[EDTA]	1	2	3	1	2	3	1	2	3		
0.10	2.52	2.63	2.61	2.38	2.51	2.44	1.93	1.85	1.84	20.71	2.30
0.15	1.93	1.84	1.74	1.26	1.34	1.30	0.32	0.28	0.45	10.46	1.16
0.20	1.52	1.40	1.47	1.15	1.10	1.09	0.55	0.62	0.54	9.44	1.05
$\sum Y_j$	17.66			14.57			8.37			40.61	
$\sum Y_{ij}$	7.76	5.51	4.39	7.33	3.90	3.34	5.62	1.05	1.71		

### 1.2.2. Cálculo del término de corrección

$$C = \frac{Y^2}{N}$$

$$\frac{Y^2}{N} = \frac{[(2.52) + (2.63) + (2.61) \dots + (0.54)]^2}{3 * 3 * 3} = \frac{40.61^2}{27}$$

$$\frac{Y^2}{N} = 61.026$$

### 1.2.3 Cálculo de la suma del total de cuadrados (SST)

$$SS_T = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^r Y^2_{ijk} - \frac{y^2}{N}$$

$$SST = [(2.52)^2 + (2.63)^2 + (2.61)^2 \dots + (0.54)^2] - 61.026$$

$$SST = 14.1884$$

### 1.2.4. Cálculo de la suma de cuadrados debido a los tratamientos (SSA)

$$SS_A = \sum_{i=1}^a \frac{y_i^2}{br} - \frac{y^2}{N}$$

$$SSA = \frac{(20.71)^2 + (10.46)^2 + (9.44)^2}{3 * 3} - 61.026$$

$$SSA = 8.6373$$

### 1.2.5. Cálculo de la suma de cuadrados debido a los tratamientos (SSB)

$$SS_B = \sum_{j=1}^a \frac{y_j^2}{ar} - \frac{y^2}{N}$$

$$SSB = \frac{(17.66)^2 + (14.57)^2 + (8.37)^2}{3 \cdot 3} - 61.026$$

$$SSB = 4.9707$$

### 1.2.6. Cálculo de (SSSub totales)

$$SS_B = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \frac{y^2 i}{r} - \frac{y^2}{N}$$

$$SS_{Sub\ totales} = \frac{(7.76)^2 + (5.51)^2 + (4.39)^2 \dots + (1.71)^2}{3} - 61.026$$

$$SS_{sub\ totales} = 14.1193$$

### 1.2.7. Cálculo de la suma de cuadrados debido al error (SSE)

$$SSE = SST - SS_{sub\ totales}$$

$$SS_E = 14.1884 - 14.1193$$

$$SS_E = 0.0691$$

### 1.2.8. Cálculo de la suma de cuadrados debido a los tratamientos (SSAB)

$$SS_{AB} = SST - SS_A - SS_B - SS_E$$

$$SS_{AB} = 14.1884 - 8.6373 - 4.9707 - 0.0691 = 0.3359$$

### 1.2.9. Cálculo de la media de la suma de cuadrados debido a los tratamientos (MSA)

$$MS_A = \frac{SS_A}{A - 1}$$

$$MS_A = \frac{8.6373}{3 - 1}$$

$$MS_A = 4.3186$$

### 1.2.10. Cálculo de la media de la suma de cuadrados debido a los tratamientos de (MSB)

$$MS_B = \frac{SS_B}{B - 1}$$

$$MS_B = \frac{4.9707}{3 - 1}$$

$$MS_B = 12.4854$$

### 1.2.11. Cálculo de la media de la suma de cuadrados debido a los tratamientos de (MSAB)

$$MS_{AB} = \frac{SS_{AB}}{((A - 1)(B - 1))}$$

$$MS_{AB} = \frac{0.5113}{((3 - 1))(3 - 1)}$$

$$MS_{AB} = 0.1278$$

### 1.2.12. Cálculo de la media de la suma de cuadrados debido al error (MSE)

$$MS_E = \frac{SS_E}{(AB(r-1))}$$

$$MS_E = \frac{0.0691}{((3-1))(3-1)}$$

$$MS_E = 0.0038$$

### 1.2.13. Cálculo de la función Fo

$$F_{0A} = \frac{MS_A}{MS_E}$$

$$F_{0A} = \frac{4.3186}{0.0038}$$

$$F_{0A} = 1124.7110$$

$$F_{0B} = \frac{MS_B}{MS_E}$$

$$F_{0B} = \frac{2.4854}{0.0038}$$

$$F_{0B} = 647.2654$$

$$F_{0AB} = \frac{MS_{AB}}{MS_E}$$

$$F_{0AB} = \frac{0.1278}{0.0038}$$

$$F_{0AB} = 33.2900$$

**Tabla IV.** Cuadro resumen del análisis de varianza para la recuperación de cobre

Fuente de Variación	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	F <sub>0</sub>	F <sub>α, v1,v2</sub>
Tratamiento A [EDTA]	2.0	8.6373	4.3186	1124.7110	3.5546
Tratamiento B (tiempo de residencia)	2.0	4.9707	2.4854	647.2694	3.5546
Interacción AB	4.0	0.5113	0.1278	33.2900	2.9277
Error	18.0	0.0691	0.0038		
<b>Total</b>	<b>26.0</b>	<b>14.1884</b>			

### 1.3. Decisión

Para un nivel de significancia del 95 %, se observa que experimentalmente para los datos de recuperación de cobre por la influencia de la concentración de EDTA, el  $F_0 = 1124.7110$  es mayor a  $F_{0.05,2,18} = 3.5546$ , obtenido de manera tabular, afirmando de este modo la hipótesis Alterna. Esto indica, por lo tanto, que la influencia de la concentración de EDTA si afecta significativamente en la recuperación de cobre.

Para un nivel de significancia del 95 %, se observa que experimentalmente para los datos de recuperación de cobre con la influencia del tiempo de residencia, el  $F_0 = 647.2694$  es mayor a  $F_{0.05,2,18} = 3.5546$ , obtenido de manera tabular, afirmando de este modo la hipótesis Alterna. Esto indica, por lo tanto, que la influencia del tiempo de residencia si afecta significativamente en la recuperación de cobre.

Para un nivel de significancia del 95 %, se observa que experimentalmente para los datos de recuperación de cobre en función por la influencia de la concentración de EDTA y tiempo de residencia, el  $F_0 = 33.29$  es mayor a  $F_{0.05,4,18} = 2.9277$ , afirmando de este modo la hipótesis Alterna. Esto indica, por lo tanto, que la concentración de EDTA y el tiempo de residencia si afectan significativamente en la recuperación de cobre.

## Apéndice II: Análisis económico del proyecto

A continuación, en la siguiente tabla se muestra el costo del tratamiento y su posible rentabilidad de aplicación:

**TABLA V.** Análisis económico del proyecto

Descripción	Reactivo	
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	EDTA
Precio del reactivo / kilogramo (\$ / kg)	105.88	36.00
Concentración de fábrica del reactivo (%)	98 %	87 %
Concentración del reactivo a usar (%)	5 %	6.5 %
Consumo del reactivo / TM de mineral (Kg / TM)	67	86.97
Precio del reactivo / TM de mineral (\$ / TM)	361.94	233.55

Fuente: Elaboración propia

A continuación, en la siguiente tabla se muestra el costo del tratamiento y su posible rentabilidad de aplicación:

Donde la concentración del reactivo EDTA a usar se saca de la siguiente manera:

$$[\text{EDTA}] = 0.15 \text{ M}$$

$$\text{MM}_{\text{EDTA}} = 372.24 \text{ g/mol}$$

$$\text{Densidad}_{\text{EDTA}} = 0.86 \text{ g/cm}^3$$

$$\Rightarrow \text{Concentración del reactivo a usar (\%)} = (0.15 \text{ mol}_{\text{EDTA}} / 1\text{L}_{\text{disolución}}) * (372.5 \text{ g/mol}) * (1\text{L}_{\text{disolución}} / 100 \text{ cm}^3_{\text{disolución}}) * (1 \text{ cm}^3 / 0.86 \text{ g}_{\text{disolución}}) * 100 \text{ g}_{\text{disolución}}$$

$$\Rightarrow \text{Concentración del reactivo a usar (\%)} = \mathbf{6.5 \%}$$

Ahora el precio del reactivo / TM de mineral (\$ / TM) se obtuvo de la siguiente manera:

$$\Rightarrow \text{Precio del reactivo / TM de mineral (\$/TM)} = (36 \text{ \$/kg}) * (100 / 87) * (6 / 100) * (86.97 \text{ \$/TM})$$

$$\Rightarrow \text{Precio del reactivo / TM de mineral (\$/TM)} = \$ 233.55 / \text{TM}_{\text{mineral}}$$

El análisis del B/C esta dado por:

$$\Rightarrow B/C = 361.94 / 233.55 = 1.55 > 1$$

De lo anteriormente expuesto se puede considerar que el precio de tratamiento usando EDTA es más rentable que el uso de ácido sulfúrico. Además, el beneficio por conservación y cuidado del medio ambiente es favorable, de lo cual se concluye afirmando que el proyecto es factible de realización técnica, económica y social.

## ANEXOS

### Anexo N° 1.- Fotos de la de Ubicación Geográfica de Salpo, Provincia de Otuzco, La Libertad.

FIGURA N° 06. Ubicación de Salpo, Provincia de Otuzco, La Libertad.



Fuente: Google Earth, 2018

## Anexo N°02. Ubicación del mineral

FIGURA N°07. Zona de mineralización polimetálica, Salpo de la provincia de Otuzco.



Fuente: Elaboración Propia, 2018

## Anexo N° 03. Muestreo

FIGURA N°08 Cabando para la toma de muestra



Fuente: Elaboración Propia, 2017



## Anexo N°04. Procedimiento en el laboratorio

FIGURA N° 15. El mineral



Fuente: Elaboración Propia, 2018

FIGURA N° 16: Molienda del mineral



Fuente: Elaboración Propia, 2018

FIGURA N° 17: Secado del mineral



Fuente: Elaboración Propia, 2018

FIGURA N° 18: Extracción del concentrado de cobre



Fuente: Elaboración Propia, 2018

FIGURA N° 19: Ensayo de espectrofotometría



Fuente: Elaboración Propia, 2018

### Anexo N°05: Puntos porcentuales de la distribución F0.05, v1, v2

V <sub>1</sub> \ V <sub>2</sub>		Grados de libertad del numerador (V <sub>1</sub> )																	
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20	24	30	40	60	120
2	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9	243.9	245.9	248.0	249.1	250.1	251.1	252.2	253.3	254.3
3	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.41	19.43	19.45	19.45	19.46	19.47	19.48	19.49	19.50
4	10.73	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.74	8.70	8.66	8.64	8.62	8.59	8.57	8.55	8.53
5	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.91	5.86	5.80	5.77	5.75	5.72	5.69	5.66	5.63
6	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.68	4.62	4.56	4.53	4.50	4.46	4.43	4.40	4.36
7	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	4.00	3.94	3.87	3.84	3.81	3.77	3.74	3.70	3.67
8	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.57	3.51	3.44	3.41	3.38	3.34	3.30	3.27	3.23
9	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.28	3.22	3.15	3.12	3.08	3.04	3.01	2.97	2.93
10	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.07	3.01	2.94	2.90	2.86	2.83	2.79	2.75	2.71
11	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.91	2.85	2.77	2.74	2.70	2.66	2.62	2.58	2.54
12	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85	2.79	2.72	2.65	2.61	2.57	2.52	2.49	2.45	2.40
13	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75	2.69	2.62	2.54	2.51	2.47	2.43	2.38	2.34	2.30
14	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67	2.60	2.53	2.46	2.42	2.38	2.34	2.30	2.25	2.21
15	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60	2.53	2.46	2.39	2.35	2.31	2.27	2.22	2.18	2.13
16	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.48	2.40	2.33	2.29	2.25	2.20	2.16	2.11	2.07
17	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.66	2.59	2.54	2.49	2.42	2.35	2.28	2.24	2.19	2.15	2.11	2.06	2.01
18	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.61	2.55	2.49	2.45	2.38	2.31	2.23	2.19	2.15	2.10	2.06	2.01	1.96
19	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.58	2.51	2.46	2.41	2.34	2.27	2.19	2.15	2.11	2.06	2.02	1.97	1.92
20	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.54	2.48	2.42	2.38	2.31	2.23	2.16	2.11	2.07	2.03	1.98	1.93	1.88
21	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.28	2.20	2.12	2.08	2.04	1.99	1.95	1.90	1.84
22	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.49	2.42	2.37	2.32	2.25	2.18	2.10	2.05	2.01	1.96	1.92	1.87	1.81
23	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34	2.30	2.23	2.15	2.07	2.03	1.98	1.94	1.89	1.84	1.78
24	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.53	2.44	2.37	2.32	2.27	2.20	2.13	2.05	2.01	1.96	1.91	1.86	1.81	1.76
25	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30	2.25	2.18	2.11	2.03	1.98	1.94	1.89	1.84	1.79	1.73
26	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.49	2.40	2.34	2.28	2.24	2.16	2.09	2.01	1.96	1.92	1.87	1.82	1.77	1.71
27	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.39	2.32	2.27	2.22	2.15	2.07	1.99	1.95	1.90	1.85	1.80	1.75	1.69
28	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.46	2.37	2.31	2.25	2.20	2.13	2.06	1.97	1.93	1.88	1.84	1.79	1.73	1.67
29	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.45	2.36	2.29	2.24	2.19	2.12	2.04	1.96	1.91	1.87	1.82	1.77	1.71	1.65
30	4.18	3.33	2.93	2.70	2.55	2.43	2.35	2.28	2.22	2.18	2.10	2.03	1.94	1.90	1.85	1.81	1.75	1.70	1.64
40	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.09	2.01	1.93	1.89	1.84	1.79	1.74	1.68	1.62
60	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.25	2.18	2.12	2.08	2.00	1.92	1.84	1.79	1.74	1.69	1.64	1.58	1.51
120	4.00	3.15	2.76	2.53	2.37	2.25	2.17	2.10	2.04	1.99	1.92	1.84	1.75	1.70	1.65	1.59	1.53	1.47	1.39
Inf.	3.92	3.07	2.68	2.45	2.29	2.17	2.09	2.02	1.96	1.91	1.83	1.75	1.66	1.61	1.55	1.55	1.43	1.35	1.25
Inf.	3.84	3.00	2.60	2.37	2.21	2.10	2.01	1.94	1.88	1.85	1.75	1.67	1.57	1.52	1.46	1.39	1.32	1.22	1.00