



UNIVERSIDAD  
PRIVADA  
DEL NORTE

# FACULTAD DE INGENIERÍA

Carrera de Ingeniería de Minas

“INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA Y TIEMPO DE RESIDENCIA EN LA RECUPERACIÓN DE ZINC POR LIXIVIACIÓN OXIDANTE DE ESFALERITA CON PERSULFATO DE AMONIO, CAJAMARCA, 2019”

Tesis para optar el título profesional de:

Ingeniero de Minas

Autor:

Bach. Bella Luz Herrera Aldave  
Bach. Victor Samuel Chavez Diaz

Asesor:

Mg. Ing. Gary Christiam Farfán Chilicaus

Cajamarca - Perú

2019

## DEDICATORIA

Agradecemos 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 nuestras familias por estar allí compartiendo nuestro entusiasmo en los momentos de felicidad y brindarnos su soporte y colaboración en los momentos difíciles. Nuestros padres son nuestra mayor inspiración y los pilares incondicionales.

A nuestros queridos hermanos, que han estado en los momentos más difíciles y nos han servido de apoyo incondicional, brindándonos todo su aprecio y consideración.

Los autores.

## AGRADECIMIENTO

Nuestro más sincero agradecimiento al Mg. Ing. Gary Farfán Chilicaus, por su asesoramiento en la ejecución del proyecto de investigación.

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

Los autores.

## Tabla de contenidos

DEDICATORIA.....	2
AGRADECIMIENTO.....	3
ÍNDICE DE TABLAS.....	5
ÍNDICE DE FIGURAS .....	6
ÍNDICE DE ECUACIONES .....	7
CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN.....	9
CAPÍTULO II. METODOLOGÍA .....	26
CAPÍTULO III. RESULTADOS .....	34
CAPÍTULO IV. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES.....	37
REFERENCIAS .....	41
ANEXOS.....	43

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Propiedades físicas y químicas del zinc.....	13
Tabla 2. Propiedades del persulfato de amonio .....	17
Tabla 3. Disolución del Persulfato de Amonio.....	18
Tabla 4. Agentes oxidantes ordenados según sus potenciales estándar de reducción en medio ácido. ....	23
Tabla 5. Ley del concentrado del material de estudio .....	28
Tabla 6. Propiedades de la esfalerita .....	28
Tabla 7. Modelo experimental para la recolección de datos.....	31
Tabla 8. Concentración de zinc (g/L) en la solución después de realizar los ensayos ( $C_i = 53.80$ g/L).....	34
Tabla 9. Porcentaje de recuperación de zinc ( $C_i = 53.80$ g/L) .....	35
Tabla 10. Cuadro resumen del análisis de varianza para la recuperación de zinc .....	36
Tabla 11. Resultados de la concentración de zinc después de realizar los ensayos ( $C_i = 53.80$ g/L).....	44
Tabla 12. Tabla resumen del porcentaje (%) de recuperación de zinc .....	46
Tabla 13. Cuadro resumen del análisis de varianza para la recuperacion de zinc .....	48
Tabla 14. Definición operacional de las variables .....	55
Tabla 15. Puntos porcentuales de distribución .....	55
Tabla 16. Resultados de la concentración de zinc después de realizar los ensayos.....	56
Tabla 17. Análisis de Varianza para Concentración - Suma de Cuadrados Tipo III.....	57
Tabla 18. Pruebas de Múltiple Rangos para Concentración por Tiempo de residencia - Método: 95.0 porcentaje Duncan.....	58
Tabla 19. Pruebas de Múltiple Rangos para Concentración por Temperatura -Método: 95.0 porcentaje Duncan.....	59

## ÍNDICE DE FIGURAS

<i>Figura 1. Forma de los cristales de la esfalerita .....</i>	<i>15</i>
<i>Figura 2. Distribución del consumo de Zinc por usos industriales.....</i>	<i>16</i>
<i>Figura 3. Diagrama de flujo simplificado del proceso Hidrometalúrgico.....</i>	<i>21</i>
<i>Figura 4. Procedimiento de la lixiviación oxidante directa de Concentrados de Zinc .....</i>	<i>33</i>
<i>Figura 5. Resultados de la concentración de zinc después de realizar los ensayos (<math>C_i = 53.80</math> g/L) con la influencia del tiempo de residencia y temperatura.....</i>	<i>34</i>
<i>Figura 6. Porcentaje de recuperación de Zinc después de realizar los ensayos.....</i>	<i>35</i>
<i>Figura 7. Molienda del concentrado de esfalerita .....</i>	<i>50</i>
<i>Figura 8. Concentrado de sulfuro de zinc .....</i>	<i>511</i>
<i>Figura 9. PH metro de mesa .....</i>	<i>51</i>
<i>Figura 10. Agitador Termomagnético.....</i>	<i>522</i>
<i>Figura 11. Muestra de la disolución del concentrado de zinc .....</i>	<i>52</i>
<i>Figura 12. Zinc recuperado por el proceso de lixiviación oxidante .....</i>	<i>533</i>

## ÍNDICE DE ECUACIONES

<i>Ecuación 1</i> .....	24
<i>Ecuación 2</i> .....	44
<i>Ecuación 3</i> .....	64
<i>Ecuación 4</i> .....	64
<i>Ecuación 5</i> .....	64
<i>Ecuación 6</i> .....	65
<i>Ecuación 7</i> .....	65
<i>Ecuación 8</i> .....	65
<i>Ecuación 9</i> .....	65
<i>Ecuación 10</i> .....	66
<i>Ecuación 11</i> .....	66
<i>Ecuación 12</i> .....	66
<i>Ecuación 13</i> .....	67
<i>Ecuación 14</i> .....	67
<i>Ecuación 15</i> .....	67
<i>Ecuación 16</i> .....	67
<i>Ecuación 17</i> .....	67

## RESUMEN

Se estudió la Influencia del tiempo de residencia y temperatura en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio. El estudio experimental se realizó utilizando un concentrado disuelto en solución con contenidos de zinc sometida a diferentes tiempos de residencia a 2, 4, 6 horas, y diferentes temperaturas a 20, 40 y 60 °C, con una concentración inicial de zinc de 53.80 %. El resultado del estudio concluyó que al iniciar la recuperación de zinc a 2 horas y 20° C fue de 44.64 %, es así que se llegó a obtener una mayor recuperación de 88.73 % a un parámetro de 6 horas y 40° C. Los resultados son confirmados mediante análisis de varianza para un nivel de confianza de 95%. De esto se concluye que la recuperación de zinc por la influencia del tiempo de residencia es de  $F_0 = 803.27$  es mayor al  $F_{0.05; 2; 18} = 3.55$ , y la influencia de la temperatura es de  $F_0 = 5388.01$  es mayor al  $F_{0.05; 2; 18} = 3.55$  y con la interacción de influencia del tiempo de residencia y temperatura es de  $F_0 = 94.90$  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 del tiempo de residencia y temperatura de manera individual como en conjunto si afectan significativamente en la recuperación de zinc.

**Palabras clave:** Lixiviación oxidante, esfalerita, persulfato, zinc

## CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

### 1.1. Realidad problemática

El énfasis en el estudio y la proposición de nuevas alternativas para el tratamiento de los concentrados de minerales sulfurados se ha visto incentivado en los años recientes con la creciente aspiración de disminuir la dependencia de las fundiciones y de sus exigentes normativas ambientales mediante alguna técnica hidrometalúrgica que funcione no sola técnicamente, donde varias de las tecnologías propuestas lo hacen y muy bien, sino que además sea económicamente atractiva y competitiva frente a la pirometalurgia (Balaz & Ebert, 2001).

El proceso de afinado metalúrgico del zinc consta generalmente de cuatro etapas: Tostación, Lixiviación, Purificación y Extracción electrolítica. La tostación o calcinación, es un proceso a alta temperatura (700 a 1000 °C) que convierte el concentrado de sulfuro de zinc en un óxido de zinc impuro llamado calcina, donde por lo general, la tostación comienza mezclando los materiales que contienen zinc con aire. Después, esta mezcla se calienta, o tuesta, para producir el óxido de zinc, que a continuación se extrae de la cámara de reacción como Calcina de zinc. Todos los procesos de Tostación generan dióxido de azufre, el cual se controla y convierte en ácido sulfúrico como subproducto comercializable del proceso pero parte de ello puede irse al medio ambiente y causar contaminación ambiental, así como desprendimiento de materia particulada conteniendo Zinc y Plomo (Dutrizac & MacDonald, 2014).

Los óxidos de azufre y nitrógeno son las principales causas de la acidificación tanto del suelo como de las aguas, lo que es producto de la lluvia ácida. Además de los excesivos costos generados para la tostación, en llevar a altas temperaturas grandes cantidades de concentrado, tratamiento previo del concentrado (antes de llevar a tostación), como

secado y perdigonación, son problemas financieros que tiene que asumir la empresa (Forward & Veltman, 2009).

Cuando el  $\text{HNO}_3$  es usado como un ácido oxidante, debe tenerse presente que también se produce cerca de un 0.5 % de  $\text{N}_2\text{O}$ , lo que representa una pérdida neta en el sistema de regeneración ya que este gas no es convertible en  $\text{HNO}_3$  y, además, constituye un problema ambiental ya que no puede ser emitido hacia la atmósfera. El problema asociado con el proceso de tostación-lixiviación es que la ferrita de zinc ( $\text{ZnO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) se forma durante la etapa de tostación de oxidación pirometalúrgica. La ferrita de zinc es insoluble en soluciones acidas diluidas o neutras, pero se disuelve en soluciones ácidas calientes fuertes (Kolthoff & Stenger, 2007).

La presente investigación se justifica debido a que concentrados de sulfuro de zinc, necesitan un tratamiento especial que permita una reducción de los gases tóxicos y los excesivos gastos que genera el proceso pirometalúrgico, reduciendo de esta forma el impacto ambiental e incrementando las ganancias de las empresas mineras, consiguiendo con ello la seguridad de emanación de gases tóxicos que se encuentren dentro de los límites máximos permisibles. Como se aprecia, el campo experimental con lixiviación oxidante de concentrados sulfurados de zinc se encuentra poco investigado, por ello surge la necesidad de comenzar este estudio para sentar las bases de la caracterización y conocimiento de la lixiviación oxidante con persulfato de amonio, así como marcar el camino para posibles futuros trabajos que favorezcan el conocimiento del mismo y su posterior implantación técnica, siendo este el uno de los primeros pasos para la utilización en el sector minero.

Según Babu, Sahu, & Pandey (2012), investigaron sobre la recuperación de zinc a partir de concentrado de esfalerita por lixiviación oxidante con persulfato de amonio, sodio y potasio en medios de ácido sulfúrico. Se determinaron los efectos del tamaño de partícula, la temperatura de reacción, la concentración de ácido, la densidad de la pulpa y la concentración de oxidante en la velocidad de disolución del zinc. Los resultados mostraron que la lixiviación de zinc al 95% se logró a partir del concentrado de tamaño de partícula 150 a una temperatura de 333 K durante 5 horas en presencia de persulfato de amonio al 20% (w/v) con 5% (v/v) de concentración de ácido sulfúrico. El mejor ajuste de los datos cinéticos a un modelo controlado por difusión indicó que la difusión a través de la capa de producto fue la etapa de control de la velocidad durante la disolución. Se determinó que la energía de activación era de  $41 \pm 2$  kJ/mol en el rango de temperatura 308 – 333 K, lo que también era una indicación del proceso controlado por difusión.

En años recientes el proceso de lixiviación oxidante directa de concentrados de Sulfuro de zinc, ha sido ampliamente estudiado por ser un método alternativo para la eliminación de la etapa de tostación pirometalúrgica del proceso convencional de extracción de zinc. Este método ofrece muchas ventajas potenciales sobre el proceso convencional, tanto desde el punto de vista económico, así como por reducir la contaminación del medio ambiente (Ruíz, 2007).

Asimismo, el persulfato de amonio es un fuerte oxidante en solución ácida para sulfuros metálicos y no existen suficientes estudios de su empleo para la lixiviación de concentrados de sulfuro de zinc o esfalerita. Considerando la alta eficiencia de extracción de este oxidante y que además se puede regenerar para volverlo a utilizar, resulta muy importante y se justifica su estudio para determinar las condiciones óptimas

del proceso de lixiviación oxidante directa de los concentrados de zinc, en presencia de ácido sulfúrico (Yong & Wadsworth, 2006).

La esfalerita (ZnS) es el principal mineral desde el cual el zinc es producido comercialmente. Los métodos convencionales para la recuperación de zinc desde el concentrado de sulfuro, usualmente sigue las etapas de tostación-lixiviación y electrodeposición. La etapa de tostación pirometalúrgica lidera la contaminación del medio ambiente a través de la emisión de anhídrido sulfuroso (SO<sub>2</sub>), por lo tanto; la eliminación de esta etapa se considera muy atractivo desde el punto de vista económico, así como para reducir la contaminación ambiental; investigando por métodos alternativos para procesar a la esfalerita (Degure, Hannaford, & Harris, 2002).

La lixiviación en alta temperatura y presión de oxígeno, no ha encontrado aceptación, debido a los problemas asociados con la operación y mantenimiento de los autoclaves usados y los materiales de construcción empleados (Forward & Veltman, 2009).

Un proceso alternativo, considerado como una opción muy importante, es la lixiviación oxidante directa de la esfalerita a presión atmosférica, lo que solucionaría una serie de problemas asociados con el proceso (Niederhorn, 2005). La selección de un agente oxidante adecuado para la disolución del zinc desde el concentrado, ha merecido una serie de estudios, probándose diferentes ácidos tales como el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl, HNO<sub>3</sub> y HClO<sub>4</sub>; y álcalis como el amoníaco y sus soluciones salinas (Dutrizac & MacDonald, 2014). Pero los que han predominado como posibles agentes lixiviantes han sido el sulfato férrico y el cloro, en presencia de MnO<sub>2</sub> como oxidante. El problema está que la lixiviación con cloro requiere materiales de construcción resistentes a la corrosión; y además el proceso requiere cuidados especiales por la contaminación del medio ambiente (Lachmann & Pedlick, 2005).

Basado en la investigación bibliográfica, se encuentra que las sales de persulfato han sido raramente consideradas para la lixiviación de sulfuros metálicos, particularmente para la extracción del metal. Por lo tanto se considera imperativo estudiar la posibilidad de tratar los sulfuros con estos oxidantes, que minimicen los daños al medio ambiente y al mismo tiempo tengan una alta eficiencia de extracción o recuperación del metal (Balaz & Ebert, 2001).

Tabla 1

*Propiedades físicas y químicas del zinc*

Propiedad	Valor
Número atómico	30
Estado de oxidación	+2
Electronegatividad	1,6
Radio covalente (Å)	1,31
Radio iónico (Å)	0,74
Radio atómico (Å)	1,38
Configuración electrónica	[Ar]3d <sup>10</sup> 4s <sup>2</sup>
Primer potencial de ionización (eV)	9,42
Masa atómica (g/mol)	65,37
Densidad (g/ml)	7,14
Punto de ebullición (°C)	906
Punto de fusión (°C)	419,5

Fuente: Ballester, Verdeja, & Sancho (2000)

Cuando durante la lixiviación se produce S<sub>0</sub> en forma sólida, es conveniente recordar que éste es normalmente muy poroso y por lo tanto no constituye un obstáculo o barrera

para continuar la disolución. En su forma elemental, el azufre puede ser fácilmente acopiado, almacenado indefinidamente, transportado o convertido en  $H_2SO_4$  ó  $SO_2$  cuando se desee. De esta manera resulta evidente que los métodos de lixiviación que terminan produciendo azufre elemental son ambientalmente más atractivos.

El Zinc es un componente natural de la corteza terrestre y es parte inherente del medio ambiente. Está presente, no sólo en las rocas y suelos sino también en el aire, el agua, las plantas, animales y seres humanos. El símbolo del zinc es Zn, elemento metálico blanco azulado que tiene muchas aplicaciones industriales, es uno de los elementos de transición del sistema periódico (Ballester, Verdeja, & Sancho, 2000).

El Zinc puro es un metal cristalino, insoluble en agua caliente y fría, y soluble en alcohol, en los ácidos y en los álcalis. Es extremadamente frágil a temperaturas ordinarias, pero se vuelve maleable entre los 120 y los 150 °C, y se lamina fácilmente al pasarlo entre rodillos calientes. No es atacado por el aire seco, pero en aire húmedo se oxida, cubriéndose con una película carbonada que lo protege de una posterior corrosión (Habashi, 2011).

Ocupa el lugar 24 en abundancia entre los elementos de la corteza terrestre. No existe libre en la naturaleza, sino que se encuentra como óxido de zinc ( $ZnO$ ) en el mineral cincita y como silicato de zinc ( $2ZnO \cdot SiO_2 \cdot H_2O$ ) en la hemimorfita. También se encuentra en el mineral esmitsonita, como óxido mixto de hierro y zinc ( $Zn(FeO_2)O_2$ ) en la franklinita, y como sulfuro de cinc ( $ZnS$ ) en la esfalerita, o blenda de zinc. Las menas utilizadas más comúnmente como fuente de zinc son la esmitsonita y la esfalerita (Limp, 2007).

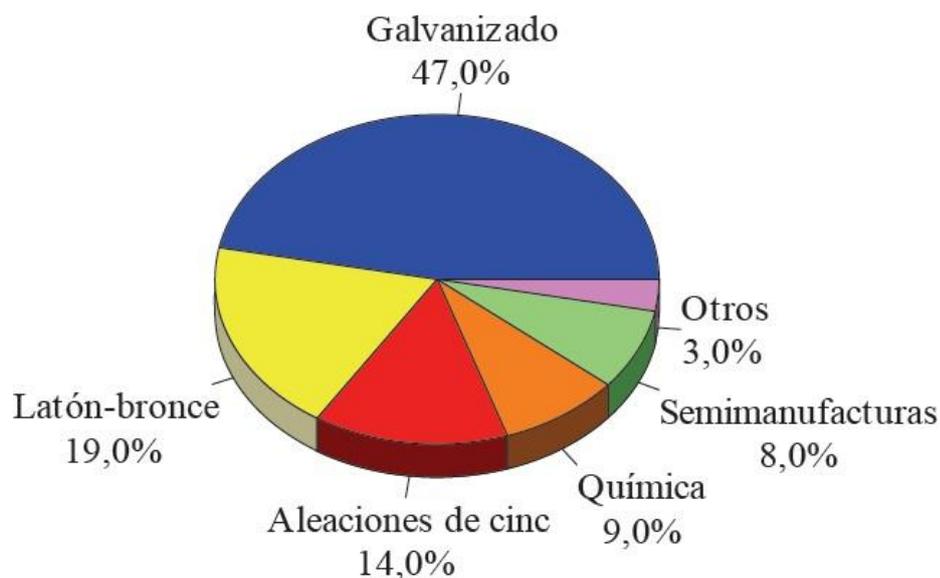


*Figura 1.* Forma de los cristales de la esfalerita: tetraedros y dodecaedros en forma de maclas. La esfalerita en este ejemplar está asociada con cristales de calcita y pirita (Mandira, Nihar, & Rath, 2000)

La esfalerita es un mineral compuesto en su mayor parte por sulfuro de Zinc ( $ZnS$ ). Cristaliza en el sistema cúbico, su dureza es de 4, al igual que su densidad relativa. Tiene lustre resinoso y se presenta en masas compactas o cristalinas. Suele contener sulfuro de hierro que le da un color oscuro. También se encuentran especímenes rojos, amarillos o verdes; por estas variaciones y por su parecido con otros minerales, es muy difícil de identificar. La esfalerita, también llamada blenda, es una mena de Zinc muy importante y se extrae en muchos lugares del mundo Estados Unidos produce más esfalerita que cualquier otro país y se encuentra en grandes yacimientos en muchos otros lugares del mundo (Mandira, Nihar, & Rath, 2000).

Prácticamente la mitad del metal se usa en galvanización y en el recubrimiento del acero por las distintas tecnologías que incluyen el uso de aleaciones mixtas zinc-aluminio. A continuación se sitúa la fabricación de latones y bronces; después los

compuestos químicos y los semimanufacturados. En cuanto a los usos finales del zinc, la construcción consume el 45%, el transporte un 25%, maquinaria y equipo un 11%, infraestructuras públicas un 10% y baterías eléctricas y otros el 9% restante. En el gráfico de sectores de la Figura 2 se resumen los diferentes usos industriales del cinc (Pandey, Gupta, & Altekar, 2012).



**Figura 2.** Distribución del consumo de Zinc por usos industriales (Pandey, Gupta, & Altekar, 2012).

En revestimientos protectores se usa fundamentalmente en pinturas ricas en zinc y atomizadores de zinc. En la industria de baterías se lo usa principalmente en las baterías alcalinas. Los otros usos incluyen su utilización como aditivo en plásticos para mejorar las propiedades mecánicas y físicas o en resinas epóxicas para mejorar la resistencia al cizallamiento y también como aditivo en formulaciones para mecanismos de fricción destinados a mejorar su rendimiento a altas temperaturas (Dutrizac & MacDonald, 2014).

El Persulfato de amonio (PSA) es la sal del ácido peroxodisulfúrico. Es un oxidante fuerte y un donador radical para la polimerización. Debido a su alto potencial de oxidación puede causar la ignición bajo ciertas condiciones. El PSA es altamente soluble en el agua (Kolthoff & Stenger, 2007).

## Tabla 2

### *Propiedades del persulfato de amonio*

Propiedad	Descripción
Producto químico	Persulfato del amonio
Abreviatura	PSA
Nombre químico	Ammonioperoxodisulfato
Fórmula Química	$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$
Peso molecular	228.2 g / mol
Aspecto	Blanco, cristalino
Densidad a Granel	0,9 – 1,0 g/cm <sup>3</sup>

Fuente: Ballester, Verdeja, & Sancho (2000)

El uso más importante para el PSA está en la polimerización a base de agua de la emulsión de monómeros orgánicos en sistemas acuosos. Los monómeros son suficientemente solubles en agua y precipitados durante la polimerización: en la industria de los cosméticos, de papel, fotográfica, producción de desinfectantes, para recuperar los metales y sus sales, en el tratamiento oxidativo de estos de alto contenido del metal, en la descontaminación "in-situ" de áreas industriales: degradación de hidrocarburos tratados con cloro (Kolthoff & Stenger, 2007).

**Tabla 3**

*Disolución del Persulfato de Amonio.*

Temperatura (°C)	Disolución (g/L)
10	496
20	559
30	616
40	696
50	741
60	781

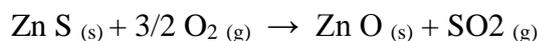
Fuente: Kolthoff & Stenger (2007)

El concentrado ya molido es transportado por medio de fajas transportadoras hacia las tolvas de alimentación, ubicadas en la parte alta de la sección de perdigonación. Aproximadamente 60% de los concentrados son alimentados a las unidades de perdigonación para preparar la carga a los tostadores (Pandey, Gupta, & Altekar, 2012).

La alimentación a los Tostadores de Lecho Fluido debe ser en forma de perdigones duros. El concentrado es mezclado en un perdigonador cilíndrico con diversos agentes aglomerantes como sulfato de zinc, ácido sulfúrico y polvos oxidados de zinc recuperados de los ciclones (Ballester, Verdeja, & Sancho, 2000).

En esta fase se pretende someter el mineral a una tostación oxidante de modo que el contenido metálico de la mena pueda ser recuperado fácilmente. Para ello se utiliza un horno de fluidificación donde una corriente ascensional de aire mantiene en

suspensión los sulfuros, verificándose la reacción que es fuertemente exotérmica (Dutrizac & MacDonald, 2014):



El ZnO (S) conocido como tostado o calcina obtenida en el rebose del horno es enviado mediante transporte neumático a la siguiente fase de producción: lixiviación (Pandey, Gupta, & Altekar, 2012).

El zinc y los otros metales contenidos en la calcina se disuelven en ácido sulfúrico diluido, en dos etapas de lixiviación: lixiviación neutra y lixiviación ácida. En la etapa de lixiviación neutra se disuelve la mayor parte de la calcina, excepto las ferritas de zinc (óxido de hierro y zinc) en ella contenidas. Mediante la utilización de espesadores se separan los sólidos no disueltos de la disolución de sulfato de zinc. La disolución clarificada se envía a la etapa de purificación, mientras que los sólidos no disueltos se someten a la etapa de lixiviación ácida (Limp, 2007).

La lixiviación ácida se realiza a una temperatura próxima a la de ebullición. De esta forma, se disuelven todos los metales excepto los que forman compuestos insolubles en medio sulfúricos, como el plomo, calcio y sílice. La disolución así obtenida se somete a un proceso de hidrólisis, tras el que se forma un sulfato básico de hierro insoluble llamado jarosita, que en unión de los metales no disueltos en esta segunda etapa constituyen el residuo final del proceso. Este residuo, después de una decantación en espesadores y posterior filtración, es enviado por bombeo a la zona de residuos (Balaz & Ebert, 2001).

Durante la fase de lixiviación, la calcina es tratada mediante una solución diluida de ácido sulfúrico (180-190 g/l). Esta operación se realiza a una temperatura de

aproximadamente 60°C y dura entre una y tres horas. En esta fase, queda todavía un porcentaje que varía entre 10 y 25% de zinc insoluble que va a ser recuperado gracias a una operación complementaria (Habashi, 2011).

La disolución de sulfato de zinc procedentes de la etapa de lixiviación neutra se trata mediante un proceso continuo realizado en dos etapas, para eliminar otros metales disueltos, como el cobre, el cadmio o el cobalto, que se recuperan como subproductos. Una vez realizada la filtración, la disolución de sulfato de zinc se enfría mediante torres de refrigeración y se bombea al tanque de almacenamiento de electrolito (Forward & Veltman, 2009).

Una vez purificada la solución, se vierte en depósitos de electrólisis (tanques de cemento revestidos de PVC), constituidos por ánodos de plomo y de cátodos de aluminio. Esta operación necesita entre 30 y 40°C y va a permitir al zinc depositarse en el cátodo de dónde se le despegará por pelaje (o stripping) cada 24, 48 o 72 horas, según el caso (Babu, Sahu, & Pandey, 2012).

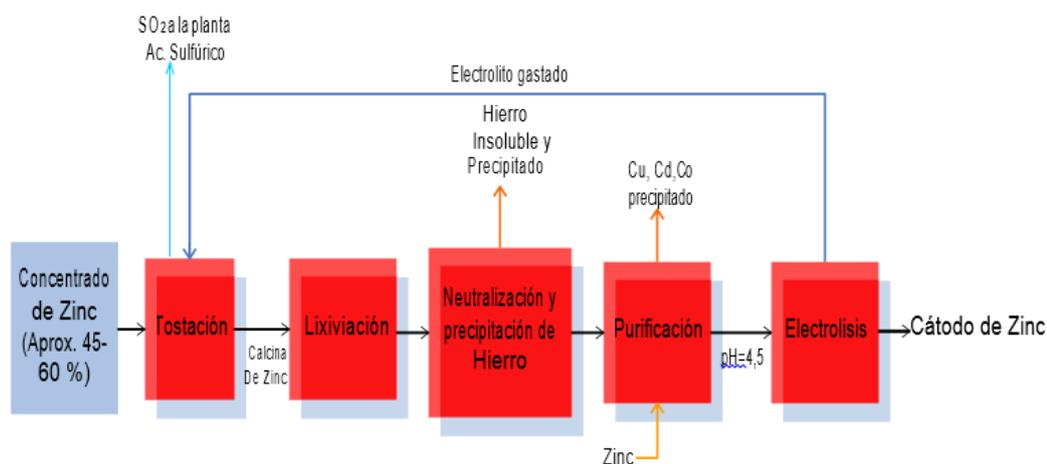
La producción por celda que contiene hasta 86 cátodos de 1,6 m<sup>2</sup>, puede alcanzar 3 ton /día. El zinc obtenido es muy puro (99,995 %). Contiene menos de 50 ppm de impurezas, siendo el plomo la principal (Ruíz, 2007).

La placa catódica procedente de electrólisis no es una forma comercial usual de venta de zinc, por ello es preciso fundirla para en una etapa posterior moldearla en lingotes.

Esta fundición se realiza en hornos eléctricos de inducción donde el cátodo se introduce por la bóveda del horno, y en una atmósfera neutra, no oxidante, a una temperatura entre 470° y 540 °C, donde se realiza el cambio de fase del zinc puro. Posteriormente mediante bomba de grafito accionada por aire comprimido, el zinc es

extraído hacia la cinta sinfín de colada para realizar los lingotes de 25 Kg aproximadamente o bien hacía los grandes moldes de lingotones o jumbos (Pandey, Gupta, & Altekar, 2012).

Las falsas entradas de aire en los hornos puede provocar la formación de óxidos de zinc, que en forma de sólidos permanecen flotando sobre el zinc fundido. Para favorecer la separación de ambas fases se adiciona cloruro amónico. Los humos del horno de fusión pasan por torres lavadoras con agua a contracorriente que elimina el  $ZnCl_2$  que pueda arrastrar antes de dejarlos salir a la atmósfera (Degure, Hannaford, & Harris, 2002).



*Figura 3.* Diagrama de flujo simplificado del proceso Hidrometalúrgico. (Mandira, Nihar, & Rath, 2000)

Los dos parámetros fundamentales que definen la solubilidad o insolubilidad de los diversos compuestos metálicos en solución acuosa son el pH y el potencial de oxidación de la solución (Degure, Hannaford, & Harris, 2002).

El comportamiento termodinámico de un sistema acuoso está determinado por estos dos parámetros junto con las concentraciones o actividades de las especies disueltas. El pH de la solución, por supuesto, determina el carácter ácido-base del sistema y es el principal parámetro que controla la solubilidad de especies metálicas oxidadas o hidrolizadas. Un gran número de procesos hidrometalúrgicos dependen críticamente del control del pH para operar exitosamente. Para controlar el pH se puede agregar deliberadamente un ácido o una base durante la reacción, para consumir iones hidroxilo o iones hidrógeno producidos por la reacción, o en algunos casos se puede diseñar la química del sistema de modo que sea autorregulable (Kolthoff & Stenger, 2007).

El potencial de oxidación de un sistema acuoso determina primariamente la valencia o estado de oxidación de metales y ligandos, y esto a su vez determina en muchos casos si las especies son solubles o insolubles. Todos los metales, las aleaciones y la mayoría de los sulfuros metálicos deben ser oxidados para hacerse solubles, y así, muchos de los procesos de lixiviación requieren la adición de un agente oxidante. La Tabla 4 presenta una lista de agentes oxidantes ordenados de acuerdo a sus potenciales de reducción en medio ácido. Con óxidos de valencias superiores es a veces necesario tener condiciones reductoras para lograr la disolución (Mandira, Nihar, & Rath, 2000).

**Tabla 4**

*Agentes oxidantes ordenados según sus potenciales estándar de reducción en medio ácido.*

<i>Agente</i>	<i>Reacción de Semipila</i>	<i>E<sup>0</sup></i>
$Fe^{3+}$	$Fe^{3+} + e^- = Fe^{2+}$	0.77
$HNO_3$	$NO_3^- + 4H^+ + e^- = NO + 2H_2O$	0.96
$MnO_2$	$MnO_2 + 4H^+ + 2e^- = Mn^{2+} + 2H_2O$	1.2
$O_2$	$O_2 + 4H^+ + 4e^- = 2H_2O$	1.23
$K_2Cr_2O_7$	$Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ + 6e^- = 2Cr^{3+} + 7H_2O$	1.33
$Cl_2$	$Cl_2 + 2e^- = 2Cl^-$	1.35
$NaClO_3$	$ClO_3^- + 6H^+ + 6e^- = Cl^- + 3H_2O$	1.45
$KMnO_4$	$MnO_4^- + 8H^+ + 5e^- = Mn^{2+} + 4H_2O$	1.49
$H_2O_2$	$H_2O_2 + 2H^+ + 2e^- = 2H_2O$	1.77
$H_2SO_5$	$SO_5^{2-} + 2H^+ + 2e^- = SO_4^{2-} + H_2O$	1.81
$(NH_4)_2S_2O_8$	$S_2O_8^{2-} + 2e^- = 2SO_4^{2-}$	2.01
$O_3$	$O_3 + 2H^+ + 2e^- = O_2 + H_2O$	2.07

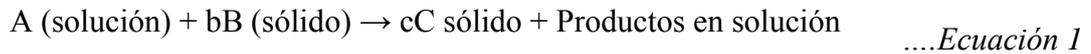
Fuente: Kolthoff & Stenger (2007)

Las reacciones hidrometalúrgicas normalmente ocurren a temperaturas relativamente bajas y comprenden más de una fase. Las reacciones son, por lo tanto, procesos generalmente lentos. El análisis detallado de la secuencia de la reacción y de su velocidad permite determinar el mecanismo de la reacción y provee datos cinéticos intrínsecos necesarios para el diseño del equipo adecuado para aplicaciones comerciales práctica (Forward & Veltman, 2009).

Una reacción es heterogénea si comprende más de una fase y la reacción se produce en los límites entre dos fases (interfase). En este caso la velocidad de los procesos físicos puede jugar un papel muy importante en la determinación de la cinética global, por ejemplo, el transporte de reactivos a través de una de las fases hacia la

interfase de reacción puede ser el proceso determinante de la velocidad (Nieder Korn, 2005).

Consideremos la reacción general



Hemos de tener en presente que, a cualquier esquema conceptual o modelo para el transcurso de una reacción, le corresponde una representación matemática, su ecuación cinética. En consecuencia, si elegimos un modelo hemos de aceptar su ecuación cinética, y viceversa. Sin un modelo se ajusta al comportamiento real su expresión cinética predecirá y describirá el proceso cinético real. Las condiciones que ha de cumplir un modelo, desde el punto de vista de la ingeniería, son que constituya la representación mas próxima al proceso real y que pueda emplearse sin excesiva complicación matemática (Ballester, Verdeja, & Sancho, 2000).

## 1.2. Formulación del problema

¿En qué medida influye la temperatura y tiempo de residencia en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante de esfalerita con persulfato de amonio?

## 1.3. Objetivos

### 1.3.1. Objetivo general

Determinar la influencia de la temperatura y tiempo de residencia en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante de esfalerita con persulfato de amonio

### **1.3.2. Objetivos específicos**

Determinar la influencia de la temperatura en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante de esfalerita con persulfato de amonio.

Evaluar la influencia del tiempo de residencia en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante de esfalerita con persulfato de amonio.

Determinar la influencia de la interacción de la temperatura y tiempo de residencia en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante de esfalerita.

## **1.4. Hipótesis**

### **1.4.1. Hipótesis general**

La temperatura y el tiempo influyen significativamente en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante de esfalerita con persulfato de amonio, de manera individual y en interacción.

### **1.4.2. Hipótesis específicas**

La temperatura influye significativamente en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante de esfalerita con persulfato de amonio.

El tiempo de residencia influye significativamente en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante de esfalerita con persulfato de amonio.

La interacción de la temperatura y tiempo de residencia influyen significativamente en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante de esfalerita con persulfato de amonio

## CAPÍTULO II. METODOLOGÍA

### 2.1. Tipo de investigación

**Tipo:** Fue aplicada ya que se utilizaron los conocimientos en la práctica, para aplicarlos en provecho de la sociedad. Se tendrá como propósito dar solución a una situación o problema concreto e identificable como es reducir el porcentaje de un contaminante que es el dióxido de azufre que se emite al medio ambiente por el proceso convencional de tratamiento a minerales sulfurados como es la tostación y al mismo tiempo reducir costos debido a que se obviará de este proceso en su tratamiento de la esfalerita (ZnS).

**Por su carácter de medida:** Fue cuantitativa.

**Por el marco en que tiene lugar:** Fue de laboratorio

**Nivel:** Fue correlacional ya que tuvo como finalidad establecer el grado de relación o asociación no causal existente entre dos o más variables. Se caracterizó porque primero se midió las variables y luego, mediante pruebas de hipótesis correlacionales y la aplicación de técnicas estadísticas, se estima la correlación.

**Según el diseño de investigación:** Experimental: Fue experimental, debido a que es una situación de control en la cual se manipula de manera intencional las dos variables independientes de trabajo (temperatura y tiempo de residencia) para analizar las consecuencias sobre la variable dependiente (recuperación de zinc).

GE: O<sub>1</sub>      X      O<sub>2</sub>  
GC: O<sub>3</sub>                      O<sub>4</sub>

Donde:

GE: Grupo Experimental

GC: Grupo de control

O<sub>1</sub> y O<sub>2</sub>: Pre test

O<sub>3</sub> y O<sub>4</sub>: Post Test

X: Manipulación de la variable independiente

## 2.2.Población y muestra (Materiales, instrumentos y métodos)

### 2.2.1.Población

La población estuvo constituida por 5000 g de concentrado de esfalerita (ZnS)

### 2.2.2.Muestra

La muestra estuvo constituida por 1400 g de concentrado de esfalerita (ZnS), la cual se obtuvo por cuarteo, el cual consistió en verter la muestra mayor en forma de cono sobre un plástico limpio, luego aplanar el cono, dividirlo en 4 partes iguales con ayuda de una regleta, descartar dos de las cuartas partes que se oponen diametralmente. Tomar los dos cuartos que quedan, los cuales constituyen la “muestra final”. Si la muestra final sigue siendo grande, puede repetir el procedimiento descrito hasta llegar al tamaño de muestra ideal (Muestra Menor = 1400 g).

**Tabla 5**

*Ley del concentrado del material de estudio*

	Ley (%)				
	Zn	Cu	Fe	S	otros
Concentrado	53.8	0.5	8.9	31	5.8

Fuente: Elaboración propia

**Tabla 6**

*Propiedades de la esfalerita*

Tipo	Característica
Génesis	Hidrotermal, magmática, pegmatitas neumatolíticas, sedimentaria
Etimología	Proviene del griego "sphaleros" que significa engañoso.
Dureza:	3,5 a 4
Densidad:	3,9 a 4,2
Sistema:	Cúbico.
Exfoliación:	Perfecta (110).
Fractura:	Concoidea.
Raya:	Blanca cuando es de color claro, parda clara cuando es más oscura.
Color:	Pardo claro a oscuro, amarillo, rojo, rojo frambuesa, pardo rojizo, verdoso, blanco, negro.
Transparencia:	Opaco, transparente a translúcido.

Brillo:	Adamantino en planos de exfoliación, vítreo en caras cristalinas, graso, mate.
Morfología:	Cristales, agregados granulares, terrosos, masivos.
Cristales:	Tetraedros, dodecaedros, a menudo maclas.
Usos:	Coleccionismo, mena principal de zinc, ciertas esfaleritas son trabajadas como piedra fina (tallas en facetas y carbujón).

---

Fuente: (Torres, 2018)

## 2.3. Técnicas e instrumentos de recolección de datos

### 2.3.1. Técnica de recolección de datos

- Se realizó la técnica cuantitativa de observación, la cual se dio mediante un registro visual.

### 2.3.2. Instrumentos de recolección de datos

- Como instrumento de recolección de datos se utilizó la tabla de resultados de la concentración de zinc después de realizar los ensayos (ver Tabla 11 de los anexos).

### 2.3.3. Equipos y materiales

- 1 Balanza analítica SARTORIUS (0.0001g)
- 1 Termómetro de contacto.
- 1 Cronómetro.
- 2 Vasos de vidrio pirex de 1000 mL.
- 5 Vaso de precipitación de 250 mL.
- 5 Vaso de precipitación de 100 mL.

- 2 Probetas volumétricas de vidrio de 100 mL.
- 2 Pipetas volumétricas de vidrio de 10 mL.
- 5 Fiolas de vidrio de 50 mL.
- 2 Fiolas de vidrio de 500 mL.
- 2 Fiolas de vidrio de 250 mL.
- 5 Matraces erlenmeyer de 250 mL.
- 2 Fiolas de vidrio de 1000 mL.
- pH metro digital de mesa.
- Embudo de vidrio.
- Tubos de ensayo.
- Bombillas de jebe.
- Papel filtro Whatman N° 42
- Varilla de vidrio.
- Frascos de vidrio.
- Cámara fotográfica.

#### **2.3.4. Reactivos:**

- Persulfato de Amonio,  $(\text{NH}_4)_2(\text{S}_2\text{O}_8)$
- Ácido Sulfúrico,  $\text{H}_2\text{SO}_4$
- Agua Destilada,  $\text{H}_2\text{O}$

#### **2.3.5. Métodos**

El diseño experimental que se utilizó para el análisis de los resultados de las pruebas experimentales, fue el diseño tipo bifactorial, con dos factores independientes, como la temperatura y el tiempo de residencia. La variable

dependiente considerada es la recuperación de zinc. Se consideran 3 niveles para la temperatura y 3 niveles experimentales para el tiempo de residencia y tres réplicas, quedando el estudio delimitado por el siguiente número de pruebas experimentales:

$N = a \times b \times r$  Donde:

N: Número de pruebas experimentales.

a: Número de niveles de la variable "A": Tiempo de residencia.

b: Número de niveles de la variable "B": Temperatura.

r: Número de réplicas.

Entonces,  $N = 3 \times 3 \times 3$

$N = 27$  pruebas experimentales

### Tabla 7

*Modelo experimental para la recolección de datos*

		Temperatura (°C)					
		20		40		60	
Tiempo de residencia (horas)	2.0	$a_1b_1$		$a_1b_2$		$a_1b_3$	
		$a_1b_1$	$a_1b_1$	$a_1b_2$	$a_1b_2$	$a_1b_3$	$a_1b_3$
		$a_1b_1$		$a_1b_2$		$a_1b_3$	
	4.0	$a_2b_1$		$a_2b_2$		$a_2b_3$	
		$a_2b_1$	$a_2b_1$	$a_2b_2$	$a_2b_2$	$a_2b_3$	$a_3b_3$
		$a_2b_1$		$a_2b_2$		$a_2b_3$	
	6.0	$a_3b_1$		$a_3b_2$		$a_3b_3$	
		$a_3b_1$	$a_3b_1$	$a_3b_2$	$a_3b_2$	$a_3b_3$	$a_3b_3$
		$a_3b_1$		$a_3b_2$		$a_3b_3$	

Fuente: Elaboración propia

## 2.4.Procedimientos

Los experimentos se llevarán a cabo en un vaso de vidrio pírrex de 1 litro de capacidad. Para tener un control estricto de la temperatura, el reactor del proceso se coloca en un agitador termomagnético. El pH se mantiene constante, con una concentración de ácido sulfúrico del 5 % (v/v) y una densidad de pulpa del 10 % (en 500 ml de solución adicionar 50 g de concentrado de esfalerita).

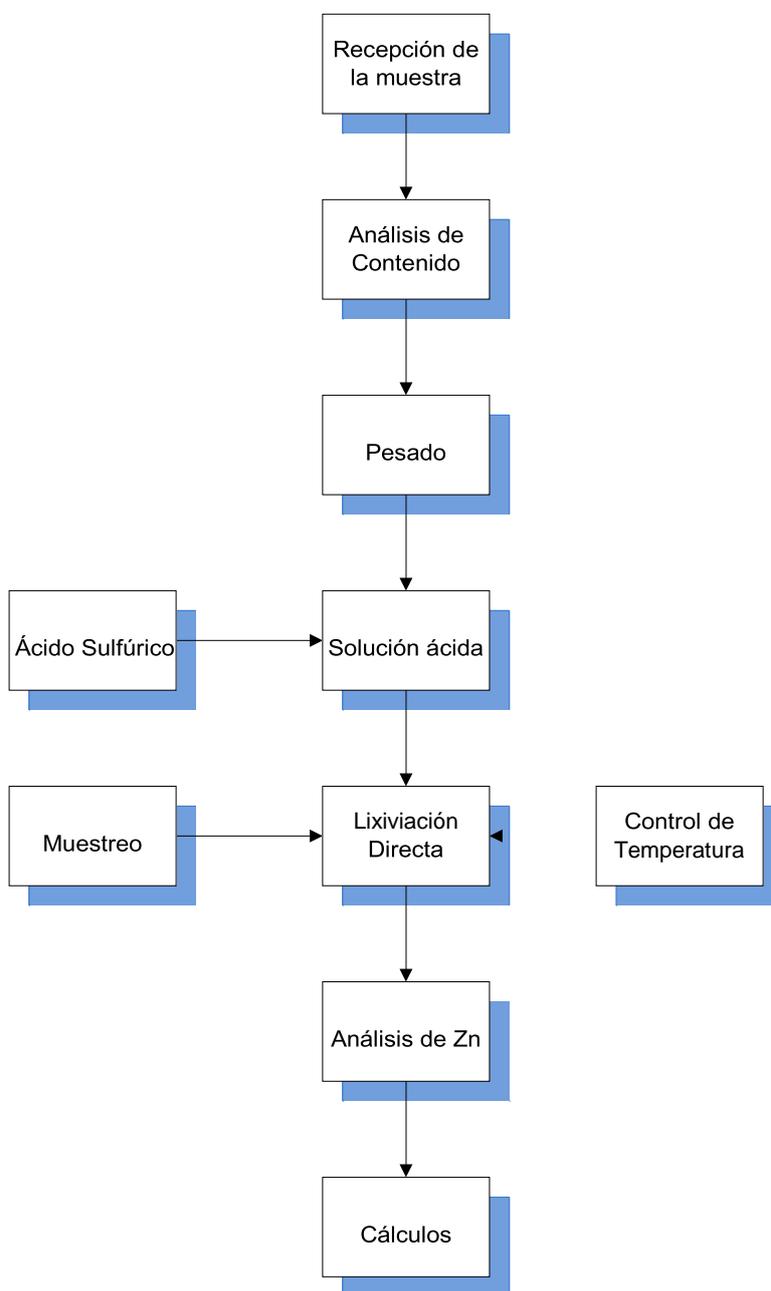
Las variables consideradas son la temperatura del proceso y el tiempo de contacto a los niveles que se indican en la Tabla 7.

Para cada prueba se prepara un litro de solución lixivante conteniendo una cantidad conocida de persulfato de amonio al 20 % (w/v) en solución de ácido sulfúrico al 5 % (v/v), (50 ml de ácido sulfúrico concentrado para un litro); y mantenida a la temperatura requerida, antes de adicionar la muestra de concentrado de zinc (50 gramos en 500 ml de solución en todas las pruebas).

Para evaluar el efecto de la temperatura, se toman muestras de 20 ml cada una, en los intervalos de temperatura preestablecidos de 20, 40 y 60 °C.

Para evaluar el efecto del tiempo y determinar el tiempo de contacto necesario para la extracción de zinc desde el concentrado de sulfuro de zinc, se realizaron pruebas continuas con la toma de muestras en los intervalos preestablecidos de 2, 4 y 6 horas.

Las muestras se filtran para eliminar el contenido de sólidos y evaluar por análisis el contenido de zinc, calculando el porcentaje de extracción de zinc.



**Figura 4.** Procedimiento de la lixiviación oxidante directa de Concentrados de Zinc

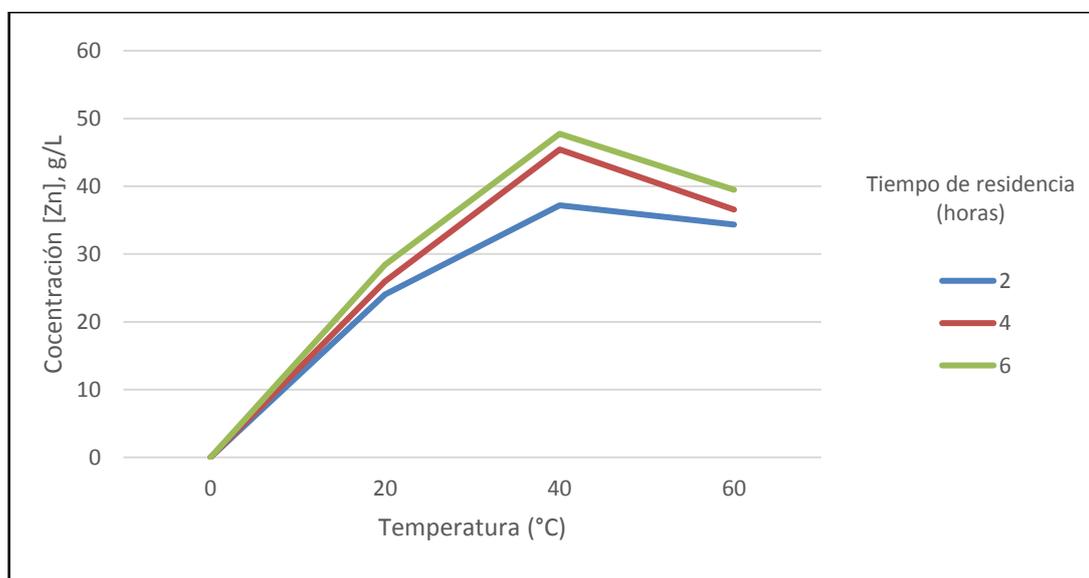
### CAPÍTULO III. RESULTADOS

Los resultados de las diferentes pruebas experimentales para hallar el porcentaje de recuperación de zinc, variando el tiempo de residencia y la temperatura, se muestra a continuación.

**Tabla 8**

*Concentración de zinc ( $g_{Zn} / L_{solución}$ ) en la solución después de realizar los ensayos ( $C_i = 53.80 g/L$ )*

Diseño	B: Temperatura (°C)			
	20	40	60	
A: Tiempo de residencia (minutos)				
	2	24.02	37.19	34.37
	4	25.94	45.43	36.54
	6	28.43	47.75	39.46



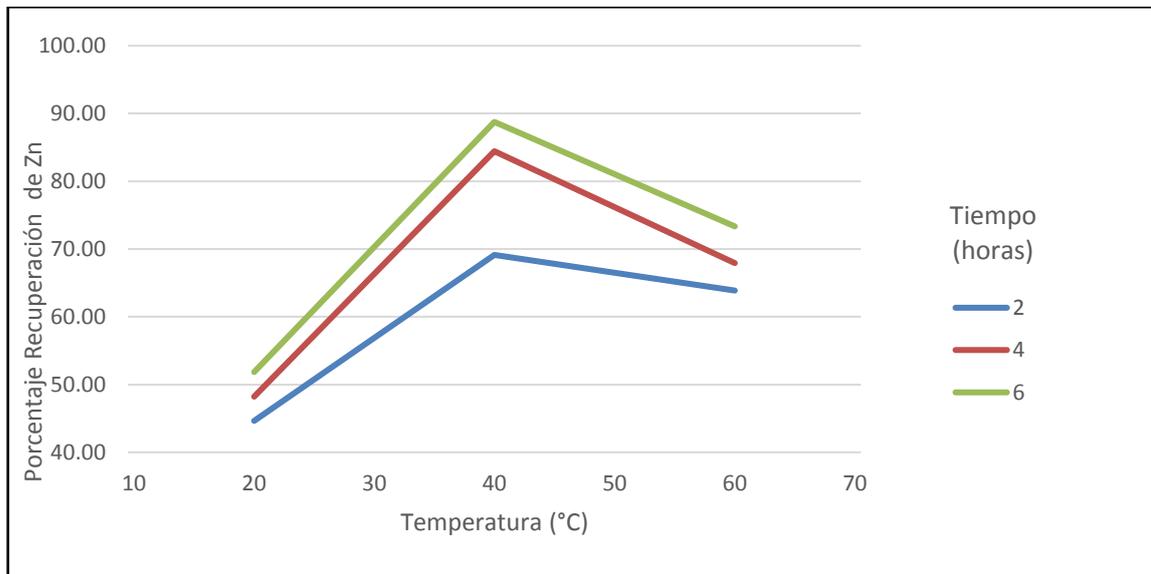
**Figura 5.** Resultados de la concentración de zinc después de realizar los ensayos ( $C_i = 53.80 g/L$ ) con la influencia del tiempo de residencia y temperatura

**Tabla 9**

*Porcentaje de recuperación de zinc ( $C_i = 53.80$  g/L)*

Diseño	B: Temperatura (°C)			
	20	40	60	
	2	44.64 %	69.13 %	63.88 %
A: Tiempo de residencia (horas)	4	48.22 %	84.44 %	67.92 %
	6	52.85 %	88.76 %	73.35 %

Fuente: Elaboración Propia



**Figura 6.** Porcentaje de recuperación de Zinc después de realizar los ensayos

En la tabla 9 y figura 6 se puede apreciar que a 6 horas de tratamiento y 40°C se obtuvo la mayor recuperación de zinc de un 88.76 %.

**Tabla 10**

*Cuadro resumen del análisis de varianza para la recuperación de zinc*

Fuente de Variación	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	$F_0$	$F_{\alpha, v1, v2}$
Tratamiento A (Tiempo de residencia)	2.0	204.9848	102.4924	803.2755	3.5546
Tratamiento B (Temperatura)	2.0	1374.9449	687.4725	5388.0080	3.5546
Interacción AB	4.0	48.4351	12.1088	94.9015	2.9277
Error	18.0	2.2967	0.1276		
Total	26.0	1630.6614			

Fuente: Elaboración Propia

En la tabla 10 se puede apreciar que, para cada una de las variables independientes, así como para la interacción de las mismas, el  $F_0 > F_{\alpha, v1, v2}$ , esto quiere decir que existe razón suficiente para decir que afectan al porcentaje de recuperación de zinc.

## CAPÍTULO IV. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

### 4.1 Discusión

Con respecto a la temperatura sobre el porcentaje de recuperación de zinc mediante lixiviación oxidante se pudo encontrar que el parámetro óptimo fue a 40 °C. Esto fue corroborado mediante el análisis de varianza a un nivel de significancia de 95% encontrándose valores de  $F_0 = 5388.01 > F_{0.05, 2, 18} = 3.55$ , donde la temperatura también influye significativamente al porcentaje de recuperación de zinc. Ello lo corrobora Babu, Sahu, & Pandey (2012), los cuales investigaron sobre la recuperación de zinc a partir de concentrado de esfalerita por lixiviación oxidante con persulfato de amonio, sodio y potasio en medios de ácido sulfúrico. Se determinaron los efectos del tamaño de partícula, la temperatura de reacción, la concentración de ácido, la densidad de la pulpa y la concentración de oxidante en la velocidad de disolución del zinc. Los resultados mostraron que la lixiviación de zinc al 95% se logró a partir del concentrado de tamaño de partícula 150 a una temperatura de 333 K durante 5 horas en presencia de persulfato de amonio al 20% (w/v) con 5% (v/v) de concentración de ácido sulfúrico. El mejor ajuste de los datos cinéticos a un modelo controlado por difusión indicó que la difusión a través de la capa de producto fue la etapa de control de la velocidad durante la disolución. Se determinó que la energía de activación era de  $41 \pm 2$  kJ/mol en el rango de temperatura 308 – 333 K, lo que también era una indicación del proceso controlado por difusión.

Se determinó que el tiempo óptimo para la recuperación de zinc el cual fue de 88.76% a 6 horas de tratamiento. Así mismo se corroboró a un nivel de significancia de 95%, lo anteriormente expuesto mediante el análisis de varianza donde el tiempo de

residencia influye significativamente al porcentaje de recuperación de zinc mediante el  $F_0 = 803.26 > F_{0.05, 2, 18} = 3.55$ . La lixiviación oxidante es un proceso en el que intervienen diversas etapas: difusión externa, difusión interna, fijación superficial y transferencia de materia en el sistema. Por lo tanto, para cada sistema se establecen equilibrios determinados y la velocidad de recuperación dependerá fundamentalmente de la naturaleza de estas relaciones. En todos los procesos de lixiviación es necesario conocer el tiempo que el sistema tarda en alcanzar el equilibrio, es decir, el tiempo a partir del cual, por más que se mantenga el contacto entre el persulfato de amonio y el metal a recuperar (Babu, Sahu, & Pandey, 2012)

Asimismo, el persulfato de amonio es un fuerte oxidante en solución ácida para sulfuros metálicos y no existen suficientes estudios de su empleo para la lixiviación de concentrados de sulfuro de zinc o esfalerita. Considerando la alta eficiencia de extracción de este oxidante y que además se puede regenerar para volverlo a utilizar, resulta muy importante y se justifica su estudio para determinar las condiciones óptimas del proceso de lixiviación oxidante directa de los concentrados de zinc, en presencia de ácido sulfúrico (Yong & Wadsworth, 2006). Un proceso alternativo, considerado como una opción muy importante, es la lixiviación oxidante directa de la esfalerita a presión atmosférica, lo que solucionaría una serie de problemas asociados con el proceso (Niederhorn, 2005). La selección de un agente oxidante adecuado para la disolución del zinc desde el concentrado, ha merecido una serie de estudios, probándose diferentes ácidos tales como el  $H_2SO_4$ ,  $HCl$ ,  $HNO_3$  y  $HClO_4$ ; y álcalis como el amoníaco y sus soluciones salinas (Dutrizac & MacDonald, 2014). Pero los que han predominado como posibles agentes lixiviantes han sido el sulfato férrico y el cloro, en presencia de  $MnO_2$  como oxidante. El problema está que la lixiviación con cloro requiere materiales de construcción resistentes a la corrosión; y

además el proceso requiere cuidados especiales por la contaminación del medio ambiente (Lachmann & Pedlick, 2005).

## 4.2 Conclusiones

Se logró recuperar un porcentaje apropiado de zinc, en la cual se obtuvo en la solución valores de 47.75 g/L en comparación con los 53.80 g/L totales (haciendo un porcentaje de recuperación del 88.76 %. Este resultado fue el óptimo que se pudo conseguir, por lo tanto, se concluye que la experimentación tuvo resultados favorables y se logró medir la influencia significativa de las variables independientes sobre la variable dependiente

Se determinó el tiempo óptimo para la recuperación de zinc por lixiviación oxidante el cual fue de 88.76 % a 6 horas de tratamiento. Así mismo se determinó a un nivel de significancia de 95%, lo anteriormente expuesto mediante el análisis de varianza donde el tiempo de residencia influye significativamente en el porcentaje de recuperación de zinc mediante el  $F_0 = 803.28 > F_{0.05, 2, 18} = 3.55$

Con respecto a la temperatura sobre el porcentaje de recuperación de zinc se pudo encontrar que el parámetro óptimo fue a 40°C. Esto fue determinado mediante el análisis de varianza a un nivel de significancia de 95% encontrándose valores de  $F_0 = 5388.01 > F_{0.05, 2, 18} = 3.55$ , verificándose la influencia de la temperatura sobre el porcentaje de zinc

Se determina la interacción del tiempo de residencia y temperatura sobre el porcentaje de recuperación de zinc mediante lixiviación oxidante, encontrándose influencia significativa de la interacción de ambas variables independientes (tiempo de residencia y temperatura) sobre la variable dependiente (porcentaje de

recuperación de zinc). Esto es determinado por el análisis de varianza a un nivel de significancia de 95%, en donde se encontró valores de  $F_0 = 94.90 > F_{0.05, 4, 18} = 2.92$

## REFERENCIAS

- Babu, M., Sahu, K., & Pandey, B. (2012). Zinc recovery from sphalerite concentrate by direct oxidative leaching with ammonium, sodium and potassium persulphates. *Elsevier Science*, 11.
- Balaz, P., & Ebert, I. (2001). Oxidative leaching of mechanically activated sphalerite concentrate. *Hidrometallurgy*, 11.
- Ballester, L., Verdeja, A., & Sancho, J. (2000). *Metalurgia extractiva, Fundamentos*. Madrid: Ed. Síntesis, S.A.
- Binti, Y. (2014). *Biosorption of selected heavy metals by free and immobilized pycnopus sanguineus: batch column studies*. New York: Staff of Chemical Engineering School. USM.
- Degure, M., Hannaford, A., & Harris, L. (2002). Electrolytic zinc recovery from manganiferous concentrate. *World Min*, 10.
- Dutrizac, J., & MacDonald, W. (2014). Ferric ion as a leaching médium. *Miner. Sci. Eng*, 14.
- Forward, F., & Veltman, H. (2009). Direct leaching of zinc sulphide concentrate by Sherritt Gordon. *Hydrometall*, 11.
- Giles, C., & Hassan, A. (2014). Adsorption at organic surfaces. V. A study of the adsorption of dyes and other organic solutes by cellulose and chitin. *Journal of the Society of Dyers and Colourists*, 12.
- Habashi, F. (2011). *Principles of Extractive Metallurgy*. New York: 2. Ed. Gordon and Breach Science publishers.
- Kolthoff, M., & Stenger, V. (2007). *Volumetric Analysis-II*. London: Revised edn. Interscience Publishers.

- Lachmann, J., & Pedlick, M. (2005). Kinetic anomalies of dissolution of sphalerite in ferric sulphate solution. *Hidrometallurgy*, 13.
- Limp, J. (2007). Oxidising leaching of complex sulphides in ammonium chloride leaching kinetics. *Rev. Metal*, 12.
- Mandira, M., Nihar, B., & Rath, K. (2000). Oxidation of sphalerite in hydrochloric acid medium in the presence of manganese dioxide. *Trans. Intn. Min. Metall (Secc. C: Mineral Process. Extr. Metall)*, 15.
- Nieder Korn, J. (2005). Kinetic study on catalytic leaching of sphalerite. *J. met.*, 12.
- Pandey, M., Gupta, K., & Altekhar, V. (2012). Single cell extraction of zinc and manganese dioxide from zinc sulphide concentrate and manganese ores. *Hydrometall*, 9.
- Reyes, I. (2014). *Adsorción de cobre, hierro y mercurio empleando Chondracanthus chamissoi*. Trujillo: Universidad Nacional de Trujillo.
- Ruíz, M. (2007). *Hidrometalurgia*. Concepción: Departamento de Ingeniería Metalúrgica - Universidad de Concepción.
- Siccha, A. (2013). *Eficacia de la biosorción de plomo mediante cochayuyo pre-tratado*. Callao: Facultad de Ciencias de la Salud, Escuela Profesional de Enfermería. Universidad Nacional del Callao.
- Torres, J. (agosto de 2018). *Mineral esfalerita*. Obtenido de <http://www.mineralesweb.es/sulfuros/esfaleri.htm>
- Yong, S., & Wadsworth, M. (2006). *Cinética de los procesos de la Metalurgia Extractiva*. México: Ed. Trillas S.A.

## ANEXOS

### Anexo I: Resultados de las pruebas de recuperación de zinc

#### Preparación de la solución de ácido sulfúrico al 5% (v/v):

- Para lograr ello se usó 50 ml de  $H_2SO_4$  / 1000 ml de solución o su conversión de 50 ml de  $H_2SO_4$  / L solución.

#### Preparación de la pulpa al 10 %:

- Para lograr ello se usó 50 g de concentrado de esfalerita / 0.5 L de solución

#### Preparación de la solución de persulfato de amonio al 20% (w/v):

- Para lograr ello se usó 100 g de persulfato de amonio / 0.5 L de solución

#### Obtención de la ley de zinc en la solución al 10% de pulpa:

- Cálculo al 10 % de pulpa: Como la ley inicial de Zn en el concentrado era de 53.8 % => en 100 g de concentrado existen 53.8 g de Zn y si ello se disuelve en 1000 ml ( 1 L) lo que se tuvo fue 53.8 g Zn /  $L_{solución}$ . En el experimento se respetó esta conversión al 10 % usando 50 g de concentrado en 0.5  $L_{solución}$ .
- En resumen: la solución inicial al 100% se debería haber extraído en la solución los 53.8 g Zn /  $L_{solución}$

**Tabla 11**

*Resultados de la concentración de zinc después de realizar los ensayos ( $C_i = 53.80$  g/L)*

		Temperatura					
		20		40		60	
Tiempo de residencia (horas)		23.10		36.98		34.12	
	2	24.50	24.02	37.10	37.19	34.52	34.37
		24.45		37.50		34.46	
		26.02		45.52		36.65	
	4	25.85	25.94	45.22	45.43	36.48	36.54
		25.96		45.55		36.49	
		28.36		47.75		39.10	
	6	28.95	28.43	47.68	47.75	39.54	39.46
		27.99		47.83		39.75	

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

$$\eta = \frac{C_f}{C_i} * 100 \dots\dots\dots \text{Ecuación 2}$$

Donde:

$\eta$  = porcentaje de recuperación de zinc (%).

$C_i$  = concentración inicial de la solución.

$C_f$  = concentración final de la solución.

Ejemplo de cálculo:

$C_i$  = 53.80 g/L

$C_f$  = 23.10 g/L

$$\eta = \frac{23.10}{53.80} \times 100$$

$$\eta = 42.94 \%$$

De la misma manera se procedió al cálculo de todos los porcentajes de recuperación de zinc a partir de los datos promedio de las concentraciones finales tal como se muestra a continuación:

**Tabla 12**

*Tabla resumen del porcentaje (%) de recuperación de zinc*

		Temperatura (°C)					
		20		40		60	
Tiempo de residencia (horas)		42.94		68.74		63.42	
	2	45.54	44.64	68.96	69.13	64.16	63.88
		45.44		69.69		64.06	
		48.36		84.61		68.12	
	4	48.05	48.22	84.05	84.44	67.81	67.92
		48.25		84.66		67.83	
		52.71		88.75		72.68	
	6	53.81	52.85	88.62	88.76	73.49	73.35
		52.03		88.90		73.88	

## Procesamiento estadístico de datos

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

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 ( $T H_0$ ): El tiempo de residencia, no influye en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio.

Hipótesis Alternativa ( $T H_1$ ): El tiempo de residencia, influye en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio.

Hipótesis Nula ( $T H_0$ ): La temperatura, no influye en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio.

Hipótesis Alternativa ( $T H_1$ ): La temperatura, influye en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio.

Hipótesis Nula ( $T\beta H_0$ ): La interacción del tiempo de residencia y la temperatura, no influye en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio.

Hipótesis Alternativa ( $T\beta H_1$ ): La interacción del tiempo de residencia y la temperatura, influye en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio.

### 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 (ver anexo 2).

**Tabla 13**

*Cuadro resumen del análisis de varianza para la recuperación de zinc*

Fuente de Variación	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	$F_0$	$F_{\alpha, v1, v2}$
Tratamiento A (Tiempo de residencia)	2.0	204.9848	102.4924	803.2755	3.5546
Tratamiento B (Temperatura)	2.0	1374.9449	687.4725	5388.0080	3.5546
Interacción AB	4.0	48.4351	12.1088	94.9015	2.9277
Error	18.0	2.2967	0.1276		
Total	26.0	1630.6614			

Para un nivel de significancia del 95 %, se observa que experimentalmente para los datos de recuperación de zinc por la influencia del tiempo de residencia y el  $F_0 = 803.2755$  es mayor a  $F_{0.05, 2, 18} = 3.55$ , obtenido de manera tabular, afirmando de este modo la hipótesis Alternativa. Esto indica, por lo tanto, que la influencia del tiempo de residencia si afecta significativamente en la recuperación de zinc.

Para un nivel de significancia del 95 %, se observa que experimentalmente para los datos de recuperación de zinc con la influencia del Temperatura y el  $F_0 = 5388.01$  es mayor a  $F_{0.05, 2, 18} = 3.55$ , obtenido de manera tabular, afirmando de este modo la hipótesis Alternativa. Esto indica, por lo tanto, que la influencia del Temperatura si afecta significativamente en la recuperación de zinc.

Para un nivel de significancia del 95 %, se observa que experimentalmente para los datos de recuperación de zinc con la influencia del tiempo de residencia y Temperatura y el  $F_0 = 94.90$

es mayor a  $F_{0.05, 2.18} = 2.93$ , obtenido de manera tabular, afirmando de este modo la hipótesis Alternativa. Esto indica, por lo tanto, que el tiempo de residencia y el Temperatura si afectan significativamente en la recuperación de zinc.

## Anexo II: Procedimiento experimental

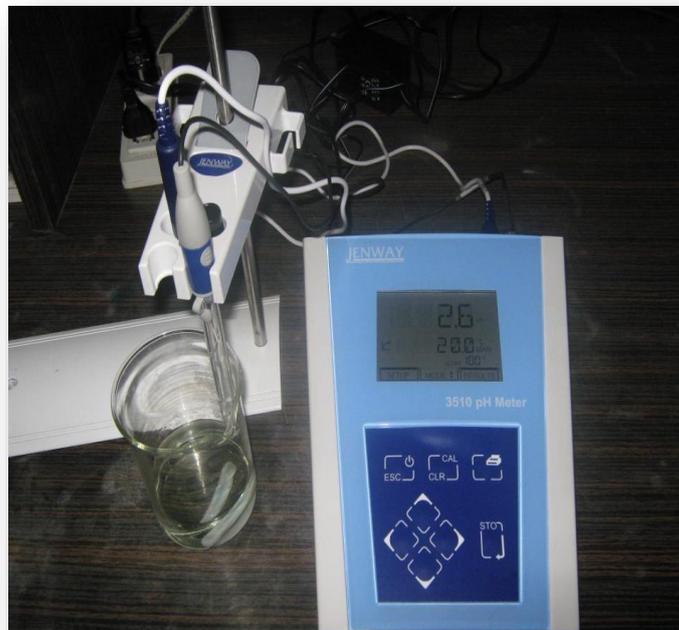
### Procedimiento experimental



*Figura 7.* Molienda del concentrado de Esfalerita.



*Figura 8.* Concentrado de sulfuro de Zinc



*Figura 9.* PH metro de mesa



*Figura 10. Agitador termomagnético*



*Figura 11. Muestra extraída de la disolución del concentrado de zinc.*



*Figura 12.* Zinc recuperado por el proceso de lixiviación oxidante.

**Tabla 14**

*Definición operacional de las variables*

Variable	Definición conceptual	Definición operacional	Dimensión	Indicador
VI Tiempo de residencia	Tiempo requerido para que un determinado material complete su ciclo de ingreso, permanencia y egreso en un medio permeable (Siccha, 2013)	Periodo que la solución permanece en estudio.	2	Horas
			4	Horas
			6	Horas
VI Temperatura	“El Temperatura es la magnitud referida a las nociones comunes de calor medible mediante un termómetro.” (Binti, 2014)	Medida de calor dentro de la solución	20	°C
			40	°C
			60	°C
VD Porcentaje de recuperación de zinc	“concentración cuantitativa del elemento metálico dentro de la solución investigada y/o analizada” (Reyes, 2014)	Cantidad en porcentaje de zinc presente en la solución a analizar	Reducción	%

**Anexo N°03: Cuadro estadístico de datos**

**Tabla 15**

*Puntos porcentuales de distribución*

V <sub>2</sub> \ V <sub>1</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	inf.
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

### Anexo N°03: Análisis estadístico con Statgraphics Centurion

**Tabla 16**

*Resultados de la concentración de zinc después de realizar los ensayos (Ci = 53.80 g/L)*

		Temperatura					
		20		40		60	
Tiempo de residencia (horas)		23.10		36.98		34.12	
	2	24.50	24.02	37.10	37.19	34.52	34.37
		24.45		37.50		34.46	
		26.02		45.52		36.65	
	4	25.85	25.94	45.22	45.43	36.48	36.54
		25.96		45.55		36.49	
		28.36		47.75		39.10	
	6	28.95	28.43	47.68	47.75	39.54	39.46
		27.99		47.83		39.75	

F1: Tiempo de residencia (1=2h, 2=4h, 3=6h)

F2 Temperaturas (1=20°C, 2=40°C, 3=60°C)

Y: Concentración (g/L)

**Tabla 17**

*Análisis de Varianza para Concentración - Suma de Cuadrados Tipo III*

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
<b>EFFECTOS PRINCIPALES</b>					
A:Tiempo de residencia	204.989	2	102.494	803.27	0.0000
B:Temperatura	1374.95	2	687.475	5387.90	0.0000
<b>INTERACCIONES</b>					
AB	48.4336	4	12.1084	94.90	0.0000
RESIDUOS	2.29673	18	0.127596		
TOTAL (CORREGIDO)	1630.67	26			

Todas las razones-F se basan en el cuadrado medio del error residual

**El StatAdvisor**

La tabla ANOVA descompone la variabilidad de Concentración en contribuciones debidas a varios factores. Puesto que se ha escogido la suma de cuadrados Tipo III (por omisión), la contribución de cada factor se mide eliminando los efectos de los demás factores. Los valores-P prueban la significancia estadística de cada uno de los factores. Puesto que 3 valores-P son menores que 0.05, estos factores tienen un efecto estadísticamente significativo sobre Concentración con un 95.0% de nivel de confianza.

**Tabla 18**

*Pruebas de Múltiple Rangos para Concentración por Tiempo de residencia - Método: 95.0 porcentaje Duncan*

<i>Tiempo de residencia</i>	<i>Casos</i>	<i>Media LS</i>	<i>Sigma LS</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
1	9	31.8586	0.11906 9	X
2	9	35.9707	0.11906 9	X
3	9	38.5496	0.11906 9	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>
1 – 2	*	-4.11211
1 – 3	*	-6.691
2 – 3	*	-2.57889

\* indica una diferencia significativa.

### **El StatAdvisor**

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. El asterisco que se encuentra al lado de los 3 pares indica que estos pares muestran diferencias estadísticamente significativas con un nivel del 95.0% de confianza. En la parte superior de la página, se han identificado 3 grupos homogéneos según la alineación de las X's en columnas. No existieran diferencias

estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X's, este no es el caso. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de comparación múltiple de Duncan. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que uno o más pares son significativamente diferentes, cuando la diferencia real es igual a 0.

**Tabla 19**

Pruebas de Múltiple Rangos para Concentración por Temperatura -Método: 95.0 porcentaje Duncan

<i>Temperatura</i>	<i>Casos</i>	<i>Media LS</i>	<i>Sigma LS</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
1	9	26.1307	0.119069	X
3	9	36.7902	0.119069	X
2	9	43.4579	0.119069	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>
1 – 2	*	-17.3272
1 – 3	*	-10.6596
2 – 3	*	6.66767

\* indica una diferencia significativa.

### **El StatAdvisor**

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. El asterisco que se encuentra al lado de los 3 pares indica que estos pares muestran diferencias estadísticamente significativas con un nivel del 95.0% de confianza. En la parte superior de la página, se han identificado 3 grupos homogéneos según la alineación de las X's en columnas. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X's. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de comparación múltiple de Duncan. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que uno o más pares son significativamente diferentes, cuando la diferencia real es igual a 0.

**ANEXO N° 04: Resultados de las pruebas de zinc después de realizar los ensayos**

**Tabla A.1.**

*Resultados de la concentración de zinc después de realizar los ensayos ( $C_i = 53.80$  g/L)*

		Temperatura					
		20		40		60	
Tiempo de residencia (horas)		23.10		36.98		34.12	
	2	24.50	24.02	37.10	37.19	34.52	34.37
		24.45		37.50		34.46	
		26.02		45.52		36.65	
	4	25.85	25.94	45.22	45.43	36.48	36.54
		25.96		45.55		36.49	
		28.36		47.75		39.10	
	6	28.95	28.43	47.68	47.75	39.54	39.46
		27.99		47.83		39.75	

Fuente: Elaboración propia

**Procesamiento estadístico de datos**

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 ( $T H_0$ ): El tiempo de residencia, no influye en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio.

Hipótesis Alterna ( $T H_1$ ): El tiempo de residencia, influye en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio.

Hipótesis Nula ( $T H_0$ ): La temperatura, no influye en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio.

Hipótesis Alterna ( $\beta H_1$ ): La temperatura, influye en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio

Hipótesis Nula ( $T\beta H_0$ ): La interacción del tiempo de residencia y la temperatura, no influye en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio.

Hipótesis Alterna ( $T\beta H_1$ ): La interacción del tiempo de residencia y la temperatura, no influye en la recuperación de zinc por lixiviación oxidante con persulfato de amonio.

### 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

**Tabla A.2.**

*Resultados de la concentración de zinc después de realizar los ensayos*

Factor	Temperatura									$\Sigma Y_i$	$Y_{i, prom}$
	20			40			60				
Tiempo de residencia (horas)	1	2	3	1	2	3	1	2	3		
2	23.10	24.50	24.45	36.98	37.10	37.50	34.12	34.52	34.46	286.73	31.86
4	26.02	25.85	25.96	45.52	45.22	45.55	36.65	36.48	36.49	323.74	35.97
6	28.36	28.95	27.99	47.75	47.68	47.83	39.10	39.54	39.75	346.95	38.55
$\Sigma Y_j$	235.18			391.12			331.11			957.41	
$\Sigma Y_{ij}$	72.05	77.83	85.30	111.58	136.29	143.26	103.10	109.62	118.39		

Fuente: Elaboración propia

### 1.2.2. Cálculo del término de corrección

$$C = \frac{Y^2}{N} \dots \text{Ecuación 3}$$

$$\frac{Y^2}{N} = \frac{(23.10 + 24.50 + 24.25 + \dots + 39.75)^2}{3 * 3 * 3} = \frac{916631.3422}{27}$$

$$C = 33949.3090$$

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

$$SS_T = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^r Y^2_{ijk} - \frac{y^2}{N} \dots \text{Ecuación 4}$$

$$SST = [(23.10)^2 + (24.50)^2 + (24.25)^2 \dots + (39.75)^2] - 33949.3090$$

$$SST = 1630.6614$$

### 1.2.4. Cálculo de la suma de cuadrados debido a los tratamientos (SS<sub>A</sub>)

$$SS_A = \sum_{i=1}^a \frac{y_i^2}{br} - \frac{y^2}{N} \dots \text{Ecuación 5}$$

$$SS_A = \frac{286.73^2 + 323.74^2 + 346.95^2}{3 * 3} - 33949.3090$$

$$SS_A = 204.9448$$

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

$$SS_B = \sum_{j=1}^a \frac{y_j^2}{ar} - \frac{y^2}{N} \dots \text{Ecuación 6}$$

$$SS_B = \frac{235.18^2 + 391.12^2 + 331.11^2}{3 * 3} - 33949.3090$$

$$SS_B = 1374.9449$$

### 1.2.6. Cálculo de ( $SS_{\text{Sub totales}}$ )

$$SS_B = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \frac{y^2 i}{r} - \frac{y^2}{N} \dots \text{Ecuación 7}$$

$$SS_{\text{Sub totales}} = \frac{72.05 + 77.83^2 + 85.30^2 + \dots + 118.39^2}{3} - 33949.3090$$

$$SS_{\text{sub totales}} = 1628.3648$$

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

$$SSE = SST - SS_{\text{sub totales}} \dots \text{Ecuación 8}$$

$$SS_E = 1630.6614 - 1628.3648$$

$$SS_E = 2.2967$$

### 1.2.8. Cálculo de la suma de cuadrados debido a los tratamientos ( $SS_{AB}$ )

$$SS_{AB} = SS_T - SS_A - SS_B - SS_E \dots \text{Ecuación 9}$$

$$SS_{AB} = 1630.6614 - 204.9848 - 1374.9449 - 2.2967 = 48.4351$$

**1.2.9. Cálculo de la media de la suma de cuadrados debido a los tratamientos del tiempo de residencia ( $MS_A$ )**

$$MS_A = \frac{SS_A}{A - 1} \dots \text{Ecuación 10}$$

$$MS_A = \frac{204.9848}{3 - 1}$$

$$MS_A = 102.4924$$

**1.2.10. Cálculo de la media de la suma de cuadrados debido a los tratamientos de la temperatura ( $MS_B$ )**

$$MS_B = \frac{SS_B}{B - 1} \dots \text{Ecuación 11}$$

$$MS_B = \frac{1374.9449}{3 - 1}$$

$$MS_B = 687.4725$$

**1.2.11. Cálculo de la media de la suma de cuadrados debido a los tratamientos de la interacción del tiempo de residencia con la temperatura ( $MS_{AB}$ )**

$$MS_{AB} = \frac{SS_{AB}}{(A - 1)(B - 1)} \dots \text{Ecuación 12}$$

$$MS_{AB} = \frac{48.4351}{(3 - 1)(3 - 1)}$$

$$MS_{AB} = 12.1088$$

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

$$MS_E = \frac{SS_E}{(AB(r-1))} \dots \text{Ecuación 13}$$

$$MS_E = \frac{2.2967}{(3 * 3)(3 - 1)}$$

$$MS_E = 0.1276$$

### 1.2.13. Cálculo de Fo

$$F_{0A} = \frac{MS_A}{MS_E} \dots \text{Ecuación 14}$$

$$F_{0A} = \frac{102.4924}{0.1276}$$

$$F_{0A} = 803.2755$$

$$F_{0B} = \frac{MS_B}{MS_E} \dots \text{Ecuación 15}$$

$$F_{0B} = \frac{687.4725}{0.1276}$$

$$F_{0B} = 5388.0080$$

$$F_{0AB} = \frac{MS_{AB}}{MS_E} \dots \text{Ecuación 16}$$

$$F_{0AB} = \frac{12.1088}{0.1276}$$

$$F_{0AB} = 94.9015$$

**Tabla A.3.**

*Cuadro resumen del análisis de varianza para la recuperación de zinc*

Fuente de Variación	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	$F_0$	$F_{\alpha, v1, v2}$
Tratamiento A (Tiempo de residencia)	2.0	204.9848	102.4924	803.2755	3.5546
Tratamiento B (Temperatura)	2.0	1374.9449	687.4725	5388.0080	3.5546
Interacción AB	4.0	48.4351	12.1088	94.9015	2.9277
Error	18.0	2.2967	0.1276		
Total	26.0	1630.6614			

Para un nivel de significancia del 95 %, se observa que experimentalmente para los datos de recuperación de zinc por la influencia del tiempo de residencia y el  $F_0 = 803.2755$  es mayor a  $F_{0.05, 2, 18} = 3.55$ , obtenido de manera tabular, afirmando de este modo la hipótesis Alternativa. Esto indica, por lo tanto, que la influencia del tiempo de residencia si afecta significativamente en la recuperación de zinc.

Para un nivel de significancia del 95 %, se observa que experimentalmente para los datos de recuperación de zinc con la influencia del Temperatura y el  $F_0 = 5388.01$  es mayor a  $F_{0.05, 2, 18} = 3.55$ , obtenido de manera tabular, afirmando de este modo la hipótesis Alternativa. Esto indica, por lo tanto, que la influencia del Temperatura si afecta significativamente en la recuperación de zinc.

Para un nivel de significancia del 95 %, se observa que experimentalmente para los datos de recuperación de zinc con la influencia del tiempo de residencia y Temperatura y el  $F_0 = 94.90$

es mayor a  $F_{0.05, 2.18} = 2.93$ , obtenido de manera tabular, afirmando de este modo la hipótesis Alternativa. Esto indica, por lo tanto, que el tiempo de residencia y el Temperatura si afectan significativamente en la recuperación de zinc.

ANEXO N° 5.

Puntos porcentuales de la distribución  $F_{0.05, v_1, v_2}$

$V_2 \backslash V_1$	Grados de libertad del numerador ( $V_1$ )																		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20	24	30	40	60	120	inf.
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	2.92	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

Fuente: Montgomery (2005)