

Tratamiento de soluciones lixiviadas por electrodeposición para la obtención de polvo de cobre y zinc

Treatment of leached solutions by electrodeposition to obtain copper and zinc powder

Alberto Irhaam Sánchez Guzmán, José Vicente Nunja García¹, Silvia Marianella Espinoza De Sánchez, María Cleofe Saucedo Lopez¹, Joaquín José Abarca Rodríguez¹, Helen Analí Zapata Del solar¹.

RESUMEN

Objetivo: Evaluar el tratamiento de soluciones lixiviadas por electrodeposición para la obtención de polvo de cobre y zinc. **Material y métodos:** Es un estudio experimental, de nivel explicativo. Se llevó a cabo una lixiviación de minerales de cobre oxidado en medio ácido, seguida de la filtración y purificación de la solución. Se seleccionó una muestra de 200 mL de la solución purificada que contenía cobre para las pruebas. Se empleó un diseño factorial 2³, con 8 corridas con 3 medias centrales. Las variables estudiadas fueron voltaje (2,54 y 2,75 voltios) y pH (1,5 y 1,8) y tiempo (160 y 260 minutos). **Resultados:** La mejor recuperación de cobre (38,75%) se logró a 2,75 voltios, pH 1,8 y 260 minutos. La calidad del polvo obtenido por electrodeposición alcanzó un rendimiento del 90,87% a 2,54 de voltios, pH 1,5 y 160 minutos. Los efectos estadísticamente significativos para la calidad de polvo de cobre fueron A(voltaje), AB (voltaje*pH) y BC (pH*Tiempo), mientras que, para la recuperación, los efectos significativos fueron C(tiempo), B(pH), BC (pH*Tiempo), AC (voltaje*tiempo), ABC(Voltaje*pH*tiempo), AB (voltaje*pH), A(voltaje). **Conclusión:** La calidad del polvo de cobre obtenido por electrodeposición se ve influenciada principalmente por el voltaje, voltaje*pH y el pH*Tiempo, mientras que la recuperación es influenciada por el tiempo, pH, voltaje, pH*Tiempo, el voltaje*tiempo, Voltaje*pH*tiempo y el voltaje*pH, siendo el voltaje el factor más influyente en la calidad y el tiempo en la recuperación.

Palabra clave: Polvo de cobre por electrodeposición, electo obtención de cobre en polvo, obtención de polvo de cobre, cobre en polvo.

ABSTRACT

Objective: To evaluate the treatment of leached solutions by electrodeposition to obtain copper and zinc powder. **Material and methods:** It is an experimental study, of explanatory level. A leaching of oxidized copper ores in acid medium was carried out, followed by filtration and purification of the solution. A 200 mL sample of the purified solution containing copper was selected for testing. A 23 factorial design was used, with 8 runs with 3 central means. The variables studied were voltage (2.54 and 2.75 volts) and pH (1.5 and 1.8) and time (160 and 260 minutes). **Results:** The best copper recovery (38.75%) was achieved at 2.75 volts, pH 1.8 and 260 minutes. The quality of the powder obtained by electrodeposition achieved a yield of 90.87% at 2.54 volts, pH 1.5 and 160 minutes. The statistically significant effects for copper powder quality were A(voltage), AB (voltage*pH) and BC (pH*Time), while, for recovery, the significant effects were C(time), B(pH), BC (pH*Time), AC (voltage*time), ABC(Voltage*pH*time), AB (voltage*pH), A(voltage). **Conclusion:** he quality of copper powder obtained by electrodeposition is mainly influenced by voltage, voltage*pH and pH*Time, while recovery is influenced by time, pH, voltage, pH*Time, voltage*time, Voltage*pH*time and voltage*pH, with voltage being the most influential factor on quality and time on recovery.

Keywords: Copper powder by electrodeposition, elect obtaining copper powder, obtaining copper powder, copper powder.

Recibido 11/11/2022 Aprobado 16/12/2022

Este es un artículo de acceso abierto, distribuido bajo los términos de la Licencia Creative Commons Atribución 4.0 Internacional (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)



¹Facultad Ingeniería Química y Metalúrgica-Universidad Nacional José Faustino Sánchez Carrión.

²Facultad Administración - Universidad Nacional José Faustino Sánchez Carrión.

INTRODUCCIÓN

El uso de polvo metálico en el mundo ha dejado una huella perdurable en el tiempo, evidenciada con las representaciones rupestres dejadas por los primeros hombres, esas pinturas hasta la actualidad se encuentran vigentes. A lo largo de la evolución de la civilización, los óxidos metálicos han sido utilizados en la decoración de las cerámicas, porcelanas, losetas, y otros materiales. En la actualidad se usa en las pinturas para conferir colores y brillos específicos.

La electrodeposición se ha destacado como una técnica eficaz para la recuperación de cobre (Cu) a partir de soluciones de lixiviación ácida, mostrando un alto porcentaje de recuperación superior al 98% de cobre. En condiciones experimentales electrolíticas específicas, el cobre puede ser recuperado en una estructura adecuada, a partir de la cual se puede producir fácilmente polvo fino (Masavetas, y otros, 2009).

Los polvos obtenidos mediante este proceso son nanopartículas de cobre de alta pureza con una estructura. Estudios han demostrado que cuando la concentración de Cu^{2+} aumenta de 0.03 a 0.09 mol / L, el tamaño promedio de las partículas de cobre aumenta de 0.92 a 1.80 μm , y la eficiencia actual de la electrodeposición cambia linealmente de 66.5% a 91.3% (Wei, Xue, & Lei, 2009).

En la electrodeposición alcalina, se ha logrado una distribución de tamaño de grano inferior a 10 μm y el efecto de Pb sobre la pureza del polvo de zinc fue contrarrestado por la alta densidad de corriente y baja cantidad de aditivos y polvos de zinc de alta pureza (99,5 - 99,8% de Zn) se obtuvieron (Zhao, Li, Zhang, & Jiang, 2013).

En la recuperación catódica de cobre, se favorece la agitación y temperatura (25 °C) en el proceso de electroposición, con una calidad cualitativamente libre de impurezas recuperándose aproximadamente un 96% en un lapso de 15 horas; mientras que a 40°C sin agitación se recupera 90% (Guimaraes, Santos, & Dutra, 2014).

Además, la producción del tamaño de grano se ve influenciada por la concentración del cobre en la solución, El gramo grueso se debe a la baja viscosidad y a la ausencia de inmigración de iones. La densidad de corriente produce granos finos con una densidad aparente baja que afecta a una alta densidad dendrítica estructura. La temperatura puede producir granos secundarios y reducir el consumo de energía eléctrica (Ebrahim & Sayyed, 2011).

El análisis de polvo de cobre de la electrodeposición mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDX) indica la posibilidad de producir polvo de cobre con una microestructura dendrítica fina, con un 0.4% de aluminio esto debido a un prolongado tiempo del uso del electrolito (Ashour, 2009).

El cobre es altamente eficaz en la inhibición de microorganismos con un 98,6%, las adiciones de nanopartículas en la pintura tendrán una mejor dispersión, así como un mejor contacto, permitiendo la adhesión de bacterias para una mayor eficacia para inhibir y destruir a microorganismo como a las algas (Duran, 2019).

MATERIAL Y MÉTODOS

El presente estudio fue de tipo básico, de nivel explicativo y con un diseño experimental, con enfoque mixto (Hernandez, Fernández, & Baptista, 2010). Se utilizó una serie de equipos, entre los que se incluyeron un rectificador de corriente equipado con amperímetro, voltímetros, cronómetro, fotómetro, bureta, estereoscopio, microscopio electrónico de barrido (SEM). El proceso experimental consistió en la lixiviación de minerales oxidados que contenían cobre en un medio ácido, seguido por la filtración y purificación de la solución resultante. Se midió aproximadamente 200 mL de la solución purificada, la cual luego se transfirió a una celda electrolítica. Esta celda constaba de un cátodo de acero inoxidable y un ánodo de plomo, ambos con dimensiones de 4x4 cm. Las pruebas experimentales se realizaron con un pH de 1.5 y 1.8, un voltaje de 2.54 y 2.75 voltios, y un tiempo empleado que osciló entre 160 minutos y 260 minutos. Para el diseño factorial, se realizaron 8 pruebas con 3 centrales.

Tabla 1

Variables que intervienen en las pruebas experimentales

Factor	Mínimo	Máximo	Central
Voltaje (V)	2,54	2,75	2,65
pH	1,5	1,8	1,65
Tiempo (minuto)	160	260	210,0

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

RESULTADOS.

Los resultados obtenidos de las pruebas experimentales se presentan en la tabla 2. Los mejores resultados se alcanzaron al trabajar con un voltaje de 2,75v. y un pH de 1,8 durante 260 minutos, lo que resultó en una recuperación de 38,75%. Por otro lado, la calidad del polvo de cobre obtenido es óptima cuando se emplea un voltaje de 2,54v. con un pH de 1,5 durante 160 minutos, logrando una recuperación del 90,87% de cobre.

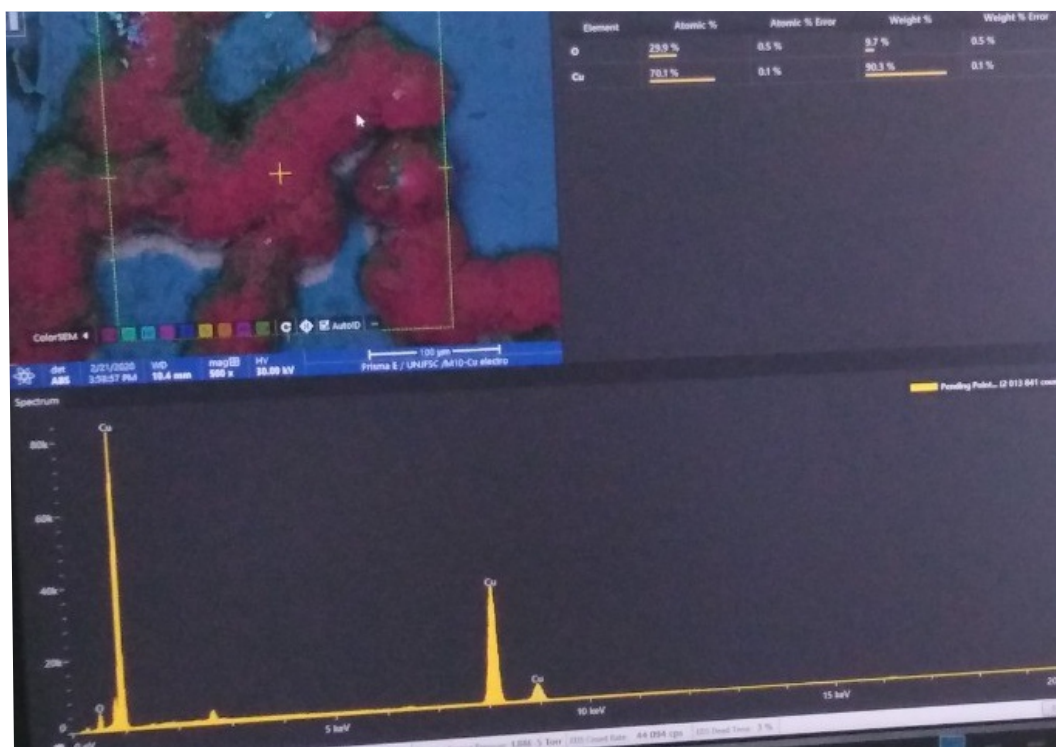
Tabla 2*Resultado de las pruebas experimentales*

N°	Variables codificadas			Variables naturales			Recuperación (%)	Calidad (%Cu)
	X ₁	X ₂	X ₃	Z ₁	Z ₂	Z ₃		
1	+	+	+	2,75	1,8	260	38,75	87,30
2	-	+	+	2,54	1,8	260	38,50	90,30
3	+	-	+	2,75	1,5	260	31,87	86,79
4	-	-	+	2,54	1,5	260	36,40	90,51
5	+	+	-	2,75	1,8	160	26,36	86,45
6	-	+	-	2,54	1,8	160	25,84	90,02
7	+	-	-	2,75	1,5	160	26,45	86,65
8	-	-	-	2,54	1,5	160	25,21	90,87
9	0	0	0	2,65	1,65	210	28,57	88,65
10	0	0	0	2,65	1,65	210	28,43	88,74
11	0	0	0	2,65	1,65	210	28,26	88,54

Nota: Fuente de las pruebas obtenidos en el laboratorio del CiyDTM

Figura 1

SEM foto de partícula de cobre y la presencia del cobre en la oscilación



En la figura 1, a 1 kwV se observa una alta oscilación de 80k, seguida de 9 kwV con 40k, para un tamaño de 100 m. La composición atómica muestra un 29,9% de Oxígeno con un margen de error de 0,5% y un 70,1% de cobre con un margen de error de 0,1%: En cuanto al

porcentaje en peso, se tiene un 9,7% para el oxígeno y un 90,3% para el cobre metálico.

Regresión factorial: Calidad (%Cu) vs. Voltaje; pH; Tiempo (minutos); PtCentral

Tabla 3*Modelo para la Calidad (%Cu) vs. Voltaje; pH; Tiempo (minutos)*

S	Rcuad.	S Rcuad. (ajustado)	S Rcuad. (pred)
.100167	99,93%	99,63%	*

Tabla 4

Análisis de Varianza para la calidad de cobre (%Cu)

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	27,0997	3,3875	337,62	0,003
Lineal	3	26,4913	8,8304	880,11	0,001
Voltaje	1	26,3175	26,3175	2623,01	0,000
pH	1	0,0703	0,0703	7,01	0,118
Tiempo (minutos)	1	0,1035	0,1035	10,32	0,085
Interacciones de 2 términos	3	0,6055	0,2018	20,12	0,048
Voltaje*pH	1	0,2346	0,2346	23,38	0,040
Voltaje*Tiempo (minutos)	1	0,1431	0,1431	14,26	0,064
pH*Tiempo (minutos)	1	0,2278	0,2278	22,71	0,041
Interacciones de 3 términos	1	0,0006	0,0006	0,06	0,828
Voltaje*pH*Tiempo (minutos)	1	0,0006	0,0006	0,06	0,828
Curvatura	1	0,0022	0,0022	0,22	0,683
Error	2	0,0201	0,0100		
Total	10	27,1198			

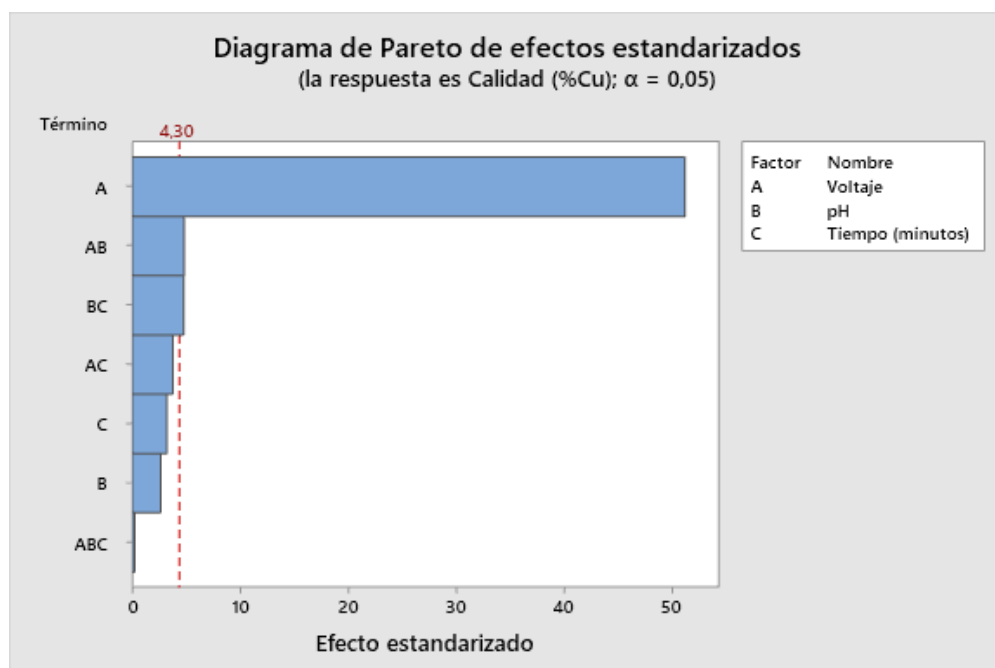
De la tabla 4, se observa que el coeficiente de significancia estadística para el modelo es de .003, mientras que para el modelo lineal es de .001. Respecto a las variables, el valor p para el voltaje es $p = .000$; para la interacción de 2 términos es de .048; para voltaje/pH .040 y pH*Tiempo(minutos) .041. Dado que todos los estos valores de p son menores que 0.05, se consideran estadísticamente significativos. Mientras que para el pH el valor de p es de .118; para el tiempo (minutos) es de .085; voltaje*tiempo es de .064; interacciones de 3 términos $p = .828$; que incluye voltaje*pH*Tiempo(minutos) es de .828.

La ecuación de regresión en unidades no codificadas que representa la calidad de polvo de cobre precipitado por electrodeposición es la siguiente:

$$\begin{aligned}
 (\%Cu) = & 122,0 - 9,9 \text{ Voltaje} - 39,0 \text{ pH} - 0,155 \text{ Tiempo (minutos)} \\
 & + 13,21 \text{ Voltaje*pH} + 0,0438 \text{ Voltaje*Tiempo (minutos)} \\
 & + 0,052 \text{ pH*Tiempo (minutos)} - 0,0111 \text{ Voltaje*pH*Tiempo (minutos)} \\
 & + 0,0321 \text{ Pt Ctrl}
 \end{aligned}$$

Figura 2

Diagrama de Pareto de efectos estandarizados para la calidad de polvo de cobre precipitado por electrodeposición



De acuerdo con el diagrama de Pareto, las barras que están por encima de la línea indican efectos estadísticamente significativos para la precipitación de polvo cobre por electrodeposición. Específicamente, se observa significancia para A(voltaje), AB (voltaje*pH) y BC (pH*Tiempo), mientras que de forma no significativa

se encuentran AC (voltaje*tiempo), C(tiempo), B(pH) y ABC(Voltaje*pH*tiempo).

En cuanto a la regresión factorial: se analiza la relación entre la recuperación (%Cu) y las variables de Voltaje; pH; Tiempo (minutos); y el punto central (PtCentral).

Tabla 5

Modelo para la recuperación (%Cu) vs. Voltaje; pH; Tiempo (minutos)

S	Rcuad.	S Rcuad. (ajustado)	S Rcuad. (pred)
.155933	99,98%	99,91%	*

Para la calidad de cobre en polvo producido por electrodeposición, se observa una varianza estándar de 0,156, con un coeficiente de determinación del 99,98%,

coeficiente de correlación=.99, mientras que el coeficiente de determinación ajustado es del 96,81% con un coeficiente de correlación de 0,9995.

Tabla 6

Análisis de Varianza para la recuperación de cobre polvo por electrodeposición

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	264,897	33,112	1361,80	.001
Lineal	3	229,067	76,356	3140,28	.000
Voltaje	1	0,794	0,794	32,65	.029
pH	1	11,329	11,329	465,92	.002
Tiempo (minutos)	1	216,944	216,944	8922,26	.000
Interacciones de 2 términos	3	15,525	5,175	212,83	.005
Voltaje*pH	1	2,060	2,060	84,74	.012
Voltaje*Tiempo (minutos)	1	4,560	4,560	187,55	.005
pH*Tiempo (minutos)	1	8,904	8,904	366,20	.003
Interacciones de 3 términos	1	3,781	3,781	155,51	.006
Voltaje*pH*Tiempo (minutos)	1	3,781	3,781	155,51	.006
Curvatura	1	16,524	16,524	679,59	.001
Error	2	0,049	0,024		
Total	10	264,946			

De la tabla 6, el coeficiente de significancia estadística para el modelo es de .001, mientras que para el lineal es de .000. Respecto a las variables, el valor p para el voltaje es 0,029; pH es 0,002; Tiempo(minutos) 0,000, en la interacción de 2 términos es de 0,005; para voltaje*pH 0,012, voltaje*tiempo(minutos) .005, pH*Tiempo(minutos) 0,003, mientras que para las interacciones de 3 términos 0,006; que incluye voltaje*pH*Tiempo(minutos) 0,006, al ser el valor de p menor a .05.

Tiempo (minutos)

+ 215,6 Voltaje*pH + 1,297 Voltaje*Tiempo (minutos)

+ 2,450 pH*Tiempo (minutos) - 0,8730 Voltaje*pH*Tiempo (minutos)

- 2,752 Pt Ctral

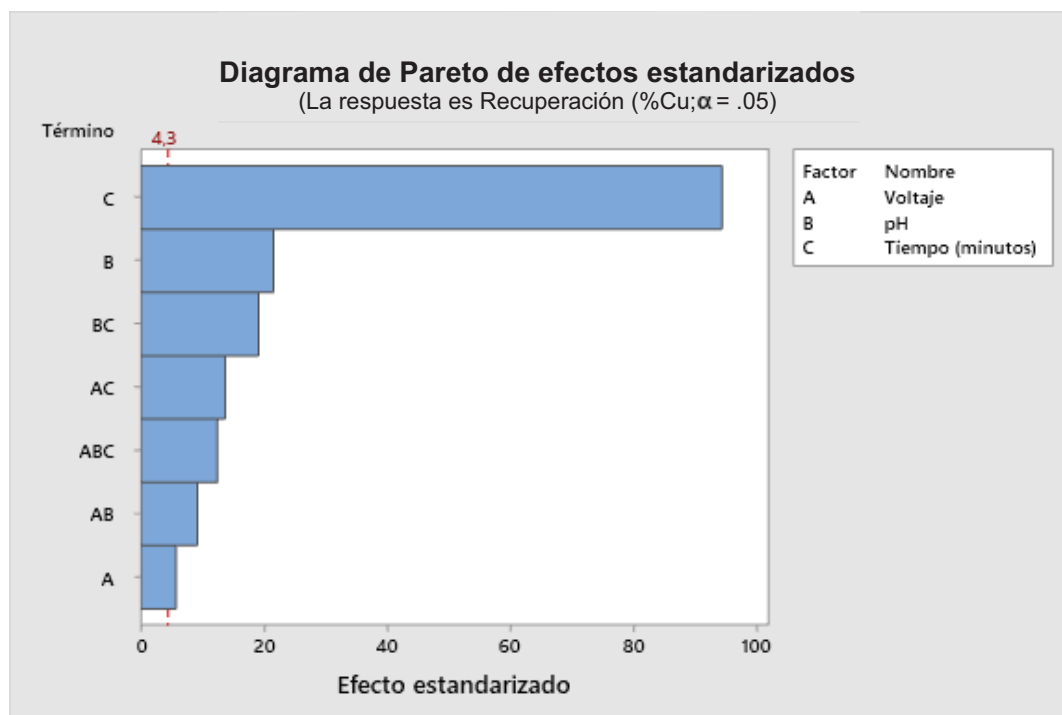
Ecuación de regresión en unidades no codificadas.

Recuperación

$$(\%Cu)=967,8 - 322,5 \text{ Voltaje} - 607,6 \text{ pH} - 3,766$$

Figura 3

Diagrama de Pareto de efectos estandarizados para la recuperación de polvo de cobre precipitado por electrodeposición



De acuerdo la figura 3 del diagrama de Pareto, las barras que está por encima de la línea tienen efectos estadísticamente significativos para la recuperación de polvo de cobre por electrodeposición, para C(tiempo), B(pH), BC (pH*Tiempo), AC (voltaje*tiempo), ABC(Voltaje*pH*tiempo), AB (voltaje*pH), A(voltaje).

DISCUSIONES.

Según los resultados de estudio sobre la obtención de cobre por electrodeposición, se observa que la mejor recuperación se logra cuando se emplea un voltaje de 2,75 a un pH de 1,8, durante un lapso de 260 minutos, recuperado en promedio del 38,75%. Por otro lado, para alcanzar una calidad de polvo de cobre del 90,87%, se requirió un voltaje de 2,54 a un pH de 1.5, durante un periodo de 160 minutos.

Las variables que presentan efectos estadísticamente significativos para la calidad en la obtención del polvo de cobre son el voltaje, voltaje*pH y pH*tiempo, ya que los valores de significancia son menores a $p = .05$ para una confiabilidad del 95%: Esto se refleja en el diagrama de Pareto (figura 2) donde las barras superan a la línea para las variables significativas, mientras que aquellas que no tienen significancia positiva no alcanzan a superarla. En cuanto a la recuperación, se observa que todas las variables tienen un efecto estadísticamente significativo, tanto individualmente como en las interacciones de 2 y 3 términos, ya que los valores de p calculados son menores que el p establecido de .005. Esto también se refleja en el diagrama de Pareto correspondiente a la recuperación. Además, según Ashour (2009), el tiempo afecta la calidad del polvo de cobre por los accesorios y

se pueden producir cobre fino con microestructura dendrítica fina por electrodeposición. Por otra parte, la calidad de gramo está en función de la concentración de la solución y la viscosidad (Ebrahim & Sayyed, 2011). La recuperación del cobre está relacionada con la agitación de la solución para una alta recuperación (Ebrahim & Sayyed, 2011). El tamaño de gramo aumenta con el incremento de la concentración (Wei, Xue, & Lei, 2009).

CONCLUSIONES

En el estudio sobre el tratamiento de soluciones lixiviadas por electrodeposición para la obtención de polvo de cobre y zinc, se llegaron a las siguientes conclusiones. La máxima recuperación es del 38,75%, se alcanza cuando se trabaja con condiciones de 2,75 voltios a un pH de 1,8 durante 260 minutos. Por otro lado, la mejor calidad de polvo de cobre es del 90,87% se logra con un voltaje de 2,54 a un pH de 1,5 durante 160 minutos. Las variables que tiene efectos estadísticamente significativos en la calidad del polvo de cobre obtenido son A(voltaje), AB (voltaje*pH) y BC (pH*Tiempo). En cuanto a la recuperación del polvo de cobre por electrodeposición, las variables significativas son C(tiempo), B(pH), BC (pH*Tiempo), AC (voltaje*tiempo), ABC(Voltaje*pH*tiempo), AB (voltaje*pH), A(voltaje). Por otra parte, se observa que el voltaje es la variable que tiene mayor efecto significativo en la calidad del polvo de cobre por electrodeposición, mientras que, en la recuperación, el tiempo es el factor más determinante, seguido del pH y la interacción pH*tiempo.

AGRADECIMIENTOS

Nuestros sinceros agradecimientos a las autoridades de la universidad Nacional José Faustino Sánchez, a través del Vicerrectorado de Investigación, por el apoyo económico brindado para realizar la investigación. Asimismo, agradecemos al jefe del Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico de Materiales, por los servicios prestados, y a los integrantes del proyecto “Estudio por microscopía electrónica de barrido de minerales y residuos obtenidos del bagazo”, por el apoyo prestado en el estudio.

REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA

- Ashour, O. (2009). Effect of electrolyte characteristics on electrowinning of copper powder. *Springer*, 1594. doi:doi:10.1007/s10800-009-9845-y
- Durán, A. (2019). validación de la capacidad bactericida de aditivos basados en nanopartículas de cobre y plata para pinturas antivegetativas. *Maestro en ciencias aplicadas*. Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Potosí. Retrieved from [http://www.fc.uaslp.mx/pca/tesis/2019Maestria/Dur % C 3 % A 1 n A l m e n d a r e z A l e j a n d r a - M a e s t r i a 2 0 1 9 9 0 . p d f](http://www.fc.uaslp.mx/pca/tesis/2019Maestria/Dur%C3%A1nAlmendarezAlejandra-Maestria201990.pdf)
- Ebrahim, A., & Sayyed, E. (2011). Comparison of effective parameters for copper powder production via electrorefining and electrowinning cells and improvement using DOE methods. *Springer*, 739. doi:https://doi.org/10.1007/s12613-011-0504-z
- Guimarães, Y., Santos, I., & Dutra, A. (2014). Direct recovery of copper from printed circuit boards (PCBs) powder concentrate by a simultaneous electroleaching– electrodeposition process. *Elsevier*, 70-71. doi:https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2014.06.005
- Hernández, R., Fernández, C., & Baptista, M. (2010). *Metodología de la investigación*. México D.F.: McGRAW-HILL.
- Masavetas, I., Moutsatsou, A., Nikolaou, E., Spanou, Karathanasis, A., Pavlatou, E., & Spyrellis, E. (2009). Production of copper powder from printed circuit boards by electrodeposition. *Journal gnest*, 246. Retrieved from [http://journal.gnest.org/sites/default/files/Journal% 20Papers/241-247_11-2_595_Masavetas.pdf](http://journal.gnest.org/sites/default/files/Journal%20Papers/241-247_11-2_595_Masavetas.pdf)
- Wei, H., Xue, C., & Lei, Z. (2009). Characterization of ultrafine copper powder prepared by novel electrodeposition method. *Springer*. Retrieved from <https://link.springer.com/article/10.1007/s11771-009-0117-0>
- Zhao, Y., Li, Q., Zhang, C., & Jiang, J. (2013). Production of ultrafine zinc powder from wastes containing zinc by electrowinning in alkaline solution. *Researchgate*, 863. Retrieved from https://www.researchgate.net/publication/262511244_Production_of_ultrafine_zinc_powder_from_wastes_containing_zinc_by_electrowinning_in_alkaline_solution