UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN

Facultad de Ingeniería

Escuela Profesional de Ingeniería Metalúrgica

ESTUDIO DEL USO DE YESO COMO AGENTE DESHIDRATANTE PARA EL TRATAMIENTO DE CRUDO GENERADO EN EXTRACCIÓN POR SOLVENTES DE COBRE

TESIS

Presentada por:

Bach. Luis Fernando Maquera Chambilla

Para optar el Título Profesional de:

INGENIERO METALURGISTA

TACNA – PERÚ

2026

UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN

Facultad de Ingeniería

Escuela Profesional de Ingeniería Metalúrgica y Materiales

ESTUDIO DEL USO DE YESO COMO AGENTE DESHIDRATANTE PARA EL TRATAMIENTO DE CRUDO GENERADO EN EXTRACCIÓN POR SOLVENTES DE COBRE

Tesis sustentada y aprobada el día 28 de mayo del 2026, estando integrado el Jurado Calificador por:

PRESIDENTE : ----------
Dr. Tolomeo Raúl Soto Pérez

SECRETARIO : ----------
MSc. Daniel Jesús Zevallos Ramos

VOCAL : ----------
Dr. Luis Fortunato Caso Palpa

ASESOR : ----------
Dr. Luis Fortunato Caso Palpa

CERTIFICADO DE SIMILITUD

Yo, **Luis Fortunato Caso Palpa**, en mi condición de asesor acreditada por Resolución de Facultad N° 9634-2025-FAIN/UNJBG, de la tesis: **"ESTUDIO DEL USO DE YESO COMO AGENTE DESHIDRATANTE PARA EL TRATAMIENTO DE CRUDO GENERADO EN EXTRACCIÓN POR SOLVENTES DE COBRE"**, presentado por el bachiller **Luis Fernando Maquera Chambilla** para optar el Título Profesional de Ingeniero Metalurgista, habiendo cumplido con lo establecido en el reglamento de originalidad y similitud de trabajos de investigación y producción intelectual, considerando que según la revisión, evaluación y análisis realizada a través del software de similitud textual TURNITIN cuenta con el nivel de similitud que es permitido cuyo porcentaje es de **11%**. Por lo que, **CERTIFICO LA SIMILARIDAD** de la tesis enunciado líneas arriba, la cual este expedita para continuar con los trámites para la obtencion del **TITULO PROFESIONAL**, según corresponda consiguientemente la publicación en el repositorio institucional.

Firmo el presente certificado con fines de continuar con los trámites respectivos para su publicación.

Firma del Asesor



Dr. Luis Caso Palpa

DNI: 06452883

Firma del Titulante



Luis Fernando Maquera Chambilla

DNI: 70853558

Dedicatoria

A mis padres y hermanas, por su amor incondicional, sus sacrificios silenciosos y por enseñarme, con su ejemplo, que la perseverancia y la integridad son el camino para alcanzar cualquier meta. Gracias por creer en mí incluso en los momentos que yo dudé**.**

Agradecimiento

Deseo expresar mi más sincero agradecimiento a aquellas personas que me acompañaron y apoyaron durante la elaboración y culminación de proyecto de tesis.

Mi más profundo agradecimiento a aquellos docentes y futuros colegas, por su guía, dedicación y orientación académica.

A la Escuela Profesional de Ingeniería Metalúrgica, por brindarme las instalaciones durante el desarrollo y culminación de este proyecto de tesis. Este logro también es de ustedes.

Índice

DEDICATORIA iv
AGRADECIMIENTO v
CONTENIDO vi
ÍNDICE DE TABLAS x
ÍNDICE DE FIGURAS xi
RESUMEN xii
ABSTRACT xiii
INTRODUCCIÓN 1
CAPÍTULO I 3
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA 3
1.1. Descripción del problema 3
1.1.1. Antecedentes del problema 3
1.1.2. Problemática de la investigación 6
1.1.2.1. Degradación del extractante 6
1.1.2.2. Formación de crudo 7
1.2. Formulación del problema 8
1.3. Justificación e importancia 9
1.3.1. Justificación técnica 9
1.3.1.1. Desestabilización de emulsiones por deshidratación 10
1.3.2. Justificación ambiental 10
1.3.3. Justificación social 10
1.3.4. Justificación económica 11
1.3.4.1. Canteras de yeso en Tacna 12
1.3.5. Importancia 12
1.4. Alcances y limitaciones 13
1.4.1. Escalabilidad de los resultados 13
1.4.2. Manipulación de productos químicos 13
1.4.3. Características del yeso 14

1.4.4. Condiciones experimentales controladas 14
1.5. Objetivos 15
1.5.1. Objetivo general 15
1.5.2. Objetivos específicos 15
1.6. Hipótesis 15
1.6.1. Hipótesis general 15
1.6.2. Hipótesis específicas 15
CAPÍTULO II 17
MARCO TEÓRICO 17
2.1. Antecedentes del estudio 17
2.1.1. Antecedentes locales 17
2.1.2. Antecedentes nacionales 18
2.1.3. Antecedentes internacionales 18
2.2. Bases teóricas 20
2.2.1. Extracción por solvente o SX 20
2.2.2. Tipos de extracción por solventes (LLE) 23
2.2.3. Aplicaciones industriales del cobre 26
2.2.4. Extracción por solventes en la recuperación del cobre 27
2.2.5. Fases del proceso de extracción por solventes 29
2.2.6. Tratamiento de crudo generado en extracción por solventes 30
2.2.7. Definición y principios de la generación de crudo 30
2.2.8. Tratamiento de orgánico con arcilla activada 31
2.2.9. Características y propiedades del yeso 33
2.2.10. Microscopio de barrido electrónico 34
2.2.11. Espectroscopía de dispersión de energía de rayos X 35
2.3. Definición de términos 37
CAPÍTULO III 39
MARCO METODOLÓGICO 39
3.1. Tipo y diseño de la investigación 39

3.1.1. Nivel de investigación 40
3.1.2. Diseño de la investigación 41
3.1.3. Descripción de las características de la investigación 42
3.2. Población y muestra 42
3.2.1. Población 42
3.2.2. Muestra 42
3.3. Operacionalización de variables 43
3.3.1. Identificación de las variables 43
3.3.2. Caracterización de las variables 44
3.4. Técnicas e instrumentos para la recolección de datos 45
3.4.1. Matriz de pruebas según diseño experimental 45
3.4.2. Materiales e instrumentos 46
3.4.3. Materiales y equipos de laboratorio 46
3.4.4. Equipos de seguridad 46
3.4.5. Materiales e insumos químicos 47
3.4.6. Generación de crudo sintético 47
3.5. Procesamiento y análisis de datos 50
CAPÍTULO IV 52
RESULTADOS Y DISCUSIÓN 52
4.1. Resultados 52
4.1.1. Caracterización del crudo 52
4.1.2. Tratamiento con yeso húmedo 55
4.1.3. Tratamiento con yeso seco 64
4.1.4. Análisis morfológico del yeso 65
4.1.5. Análisis cuantitativo del yeso usado 69
4.2. Discusión 71
CONCLUSIONES 73
RECOMENDACIONES 75
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS 79

ANEXOS 83

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 *Principios claves de la extracción con solventes de cobre* 28
Tabla 2 *Operacionalización de variables* 44
Tabla 3 *Matriz de pruebas* 45
Tabla 4 *Porcentaje de fase orgánica* 54
Tabla 5 *Volumen de orgánico recuperado* 55
Tabla 6 *Recuperación de orgánico* 56
Tabla 7 *Análisis de varianza* 57
Tabla 8 *Análisis de bondad del modelo* 61
Tabla 9 *Recuperación de orgánico con yeso seco* 64
Tabla 10 *Diferencia de recuperaciones* 64
Tabla 11 *Análisis cuantitativo de muestras de yeso* 69

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 *Incremento de producción mundial de oro y plata* 3
Figura 2 *Acomodo estructural del ion cobre* 6
Figura 3 *Extracción estándar* 24
Figura 4 *Extracción fraccionada* 25
Figura 5 *Proceso de extracción por solvente* 29
Figura 6 *Microscopio electrónico de barrido SEM* 35
Figura 7 *Complemento de análisis EDS* 36
Figura 8 *Insumos utilizados para generar crudo* 48
Figura 9 *Generación de crudo sintético* 49
Figura 10 *Decantación del crudo* 50
Figura 11 *Centrifugación de crudo* 52
Figura 12 *Cuantificación de orgánico* 53
Figura 13 *Caracterización del crudo* 54
Figura 14 *Diagrama de Pareto* 58
Figura 15 *Efectos de los factores para la recuperación de orgánico* 59
Figura 16 *Efecto de interacción de factores* 60
Figura 17 *Gráfica de contorno* 61
Figura 18 *Superficie de respuesta positiva* 62
Figura 19 *Superficie de respuesta negativa* 63
Figura 20 *Análisis microscópico del yeso* 65
Figura 21 *Muestra húmeda de yeso* 66
Figura 22 *Yeso usado en el rompimiento del crudo* 67
Figura 23 *Cristales resaltados* 68
Figura 24 *Resultados EDS del yeso inicial* 70
Figura 25 *Resultados EDS del yeso usado en el tratamiento* 70
Figura 26 *Adición de yeso* 83
Figura 27 *Secuencia de rompimiento de crudo* 84
Figura 28 *Fases separadas* 85
Figura 29 *Filtrado post-ruptura* 86

Resumen

La extracción por solventes (SX) de cobre, es una tecnología ampliamente aplicada para tratar soluciones conocidas como PLS provenientes de los circuitos de lixiviación de minerales oxidados y sulfurados de baja ley, pero la formación de crudo o crude —emulsión estable de fases orgánicas, acuosas y sólidas finos— disminuye la eficiencia del proceso y causa pérdidas de fase orgánica; este reactivo posibilita la transferencia selectiva del metal de interés desde la fase acuosa gracias a que en ello está contenido el extractante.

En este contexto, el yeso surge como una alternativa atractiva debido a sus propiedades deshidratantes y su disponibilidad en la región Tacna. El objetivo de esta investigación fue evaluar la eficacia del yeso como agente deshidratante en el tratamiento de crudo para la recuperación de la fase orgánica en plantas de extracción por solventes de cobre. Para ello, se elaboró un crudo sintético a partir de soluciones orgánicas y acuosas similares a las de una planta de extracción por solventes (SX), el contenido promedio de la fase orgánica fue del 58,3 %.

Las recuperaciones más altas con yeso húmedo estuvieron entre 90,05 % y 94,34 %, subiendo hasta 96,48 % cuando se usó yeso secó, lo que representa un incremento de 4,29 puntos porcentuales.

Palabras clave: extracción por solventes, crudo, yeso, deshidratación, cobre, SEM-EDS.

Abstract

Solvent extraction (SX) of copper is a widely applied technology for treating pregnant leach solutions (PLS) from leaching circuits of low-grade oxidized and sulphidic ores; however, the formation of crud—a stable emulsion of organic, aqueous and fine solid phases— it decreases the efficiency of the process and causes losses of organic phase; this reagent enables the selective transfer of the metal of interest from the aqueous phase because the extractant is contained in it.

In this context, gypsum emerges as an attractive alternative because of its dehydrating properties and its availability in the Tacna region. The aim of this study was to evaluate the effectiveness of gypsum as a dehydrating agent in the treatment of crude for the recovery of the organic phase in copper solvent-extraction plants. To this end, a synthetic crude was prepared from organic and aqueous solutions like those of an SX plant, with an average organic-phase content of 58.3%.

The highest recoveries obtained with wet gypsum ranged between 90.05% and 94.34%, increasing to 96.48% when the gypsum was dried beforehand, which represents an improvement of 4.29 percentage points.

Keywords: solvent extraction, crud, gypsum, dehydration, copper, SEM-EDS.

Introducción

La extracción por solventes de cobre es una operación imprescindible en todas las plantas hidrometalúrgicas de cobre por sus bajos costos operativos y circuitos simples, características que la distinguen de procesos como la flotación que dependen en gran medida de circuitos de conminución que, aunque efectivos, encarecen los costos operativos. Sin embargo, su desempeño se ve limitado por un problema recurrente: la formación de crudo. Este material termina acumulándose en el circuito, reduce la eficiencia de extracción y obliga a destinar recursos adicionales para su manejo y disposición. En la práctica industrial se recurre a centrífugas y tratamientos físicos que pueden ser efectivos, pero que implican costos de inversión y operación.

Se plantea el uso de yeso como agente desestabilizante de la emulsión crudo, este material es interesante por su bajo costo, su disponibilidad en la región de Tacna y su capacidad de retener agua y los iones presentes en soluciones acuosas. La idea central de este trabajo es explorar si ese comportamiento puede aprovecharse para romper el crudo y favorecer la liberación de la fase orgánica atrapada. A partir de ensayos controlados en laboratorio, se analizó como responde la emulsión crudo frente al contacto con yeso en distintas condiciones de operación, así mismo, se estudió los cambios que experimentó el propio sólido después del tratamiento. Con ello se busca no solo verificar si el yeso puede funcionar como

agente deshidratante, sino también aportar una base experimental que permita en el futuro, llevar este enfoque a pruebas con crudo real de planta y evaluar su potencial como alternativa simple y local para mejorar la gestión del crudo en circuitos industriales de extracción por solventes de cobre.

Capítulo I

Planteamiento del problema

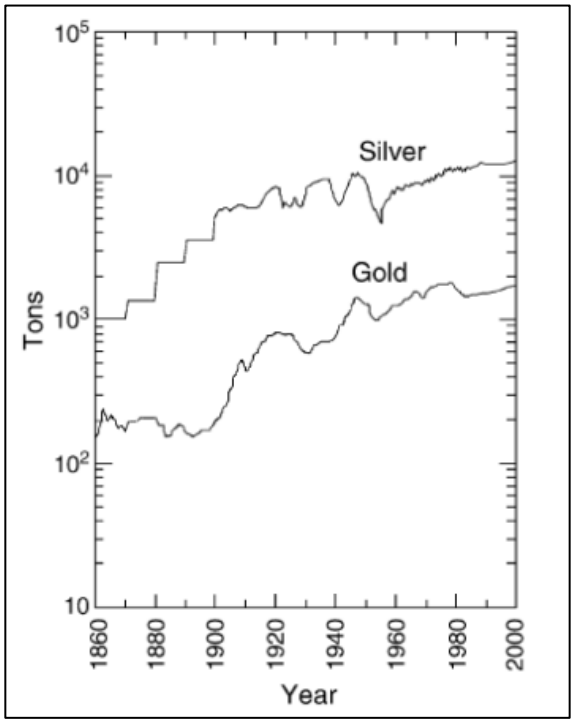
1.1. Descripción del problema

1.1.1. Antecedentes del problema

El uso generalizado de la hidrometalurgia comenzó a finales del siglo XIX con la introducción de la cianuración como disolvente para la extracción de oro gracias al aporte de John Stewart MacArthur (1856–1920).

Figura 1

Incremento de producción mundial de oro y plata



Nota. Producción mundial de oro y plata entre los años 1860 y 2000. Tomado de "A short history of hydrometallurgy", por Habashi, 2005, https://www.researchgate.net/publication/222935753_A_short_history_of_hydrometallurgy.

La contribución notable de la cianuración como método hidrometalúrgico en la industria de la plata y el oro, se evidencia en el aumento de la producción mundial durante el período de 1900 a 1910 (Figura 1), un crecimiento que se diferencia marcadamente de los otros períodos en un rango de 140 años hasta el año 2000, especialmente en lo que respecta a la extracción de oro (Habashi, 2005).

Otro hito que contribuyó al nacimiento de la hidrometalurgia moderna es el proceso Bayer, que consiste en utilizar una solución alcalina de hidróxido de sodio para lixiviar bauxita y obtener alúmina, que es la materia prima para la obtención del aluminio, proceso que prácticamente se mantiene en la actualidad para la obtención de alúmina ampliamente usado en la industria textil. Sin embargo, recién en la década de 1940, durante el proyecto Manhattan en Estados Unidos (creación de la bomba atómica), se puede señalar el inicio de la aplicación industrial de la hidrometalurgia en la refinación de metales. En este caso específico, se utilizó solventes orgánicos especialmente sintetizados para la purificación y concentración de uranio de manera más rápida y eficaz. La hidrometalurgia ha aportado significativamente a la industria de la metalurgia extractiva, al tratamiento de menas de oro, plata, cobre, uranio, níquel, cobalto y zinc, logrando en muchos casos reemplazar los métodos pirometalúrgicos convencionales para la extracción (Habashi, 2005).

En el ámbito hidrometalúrgico del cobre, Habashi (2005) menciona que, a principios del siglo XX, Chile inició la aplicación de métodos hidrometalúrgicos

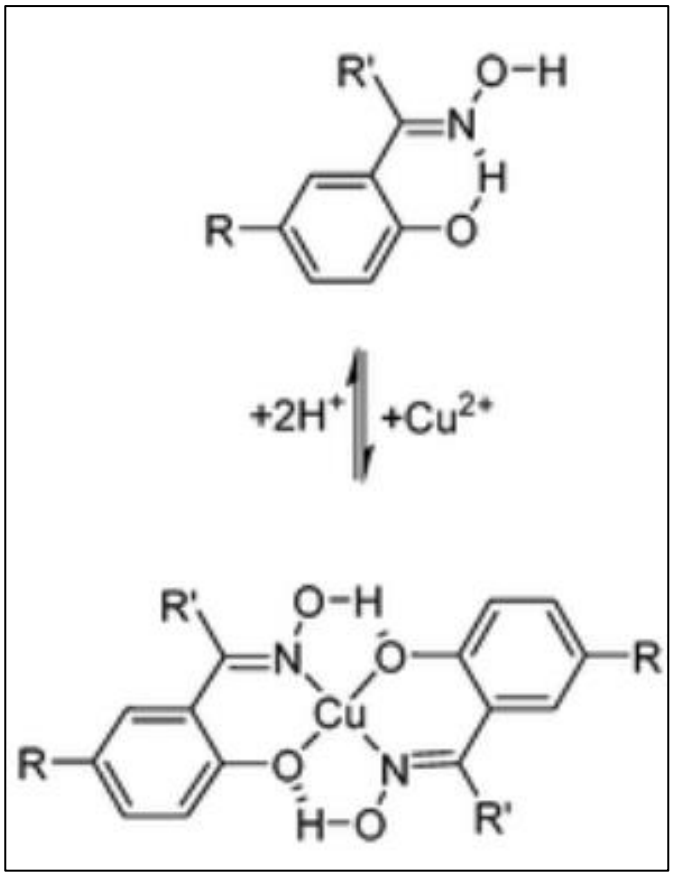
mediante el uso de soluciones diluidas de ácido sulfúrico para la lixiviación a gran escala de minerales oxidados de cobre. Además, se implementó la lixiviación de sulfuros de cobre en presencia de iones férricos como agentes oxidantes. Es importante destacar que, en lugar de continuar utilizando la cementación como método tradicional hasta ese momento, se comenzó a emplear procesos electrolíticos para la precipitación de cobre. La utilización de bacterias en la extracción de cobre in situ y en pilas comenzó a difundirse a partir de 1960. Ese mismo año, se inició el uso de solventes orgánicos, como las oximas, para la extracción de cobre de soluciones acuosas gracias a la desclasificación de informes por parte de la Comisión de Energía Atómica de los EE. UU. En la actualidad, esta técnica hidrometalúrgica representa el 20% de la producción mundial de cobre (año 2005).

Según Wilson et al. (2013) el uso de oximas fenólicas es muy común en la metalurgia extractiva del cobre, representando aproximadamente el 25 % de la producción mundial de este metal. Esta técnica destaca por la idoneidad de los reactivos de oxima, que presentan una notable estabilidad química para extraer cobre de soluciones de lixiviación que suelen tener un pH ácido ($pH < 2$), a la vez que permiten que otros elementos presentes en el mineral permanezcan en la fase acuosa conocida como soluciones de refino o "raffinate". La preferencia del cobre frente a otros cationes, así como su alta estabilidad química en la fase orgánica, se

deben a los enlaces de hidrógeno presentes en la oxima y el oxígeno fenólico, los cuales generan una cavidad especialmente adecuada para el cobre (II).

Figura 2

Acomodo estructural del ion cobre



Nota. Organización de oxima fenólica en la estructura pseudomacrocíclica del complejo Cu (II). Adaptado de "Solvent extraction: the coordination chemistry behind extractive metallurgy" por Wilson et al., 2013, DOI: 10.1039/C3CS60275C.

1.1.2. Problemática de la investigación

1.1.2.1. Degradación del extractante

Los extractantes oxímicos (aldoximas, cetoximas) son bastante susceptible a la hidrólisis en condiciones ácidas (Wilson et al., 2013). Las oximas utilizadas en

la extracción por solventes de cobre experimentan una degradación química lenta, principalmente debido a las condiciones operativas. El impacto más significativo de esta degradación es la pérdida de eficiencia en el proceso de extracción. Se identifican varias causas responsables de esta degradación, entre las que se incluyen la hidrólisis química, la presencia de nitratos, halógenos y manganeso, así como la degradación fotoquímica y microbiológica. De estas, la más común en las plantas hidrometalúrgicas es la degradación química, especialmente por el contacto constante del reactivo con condiciones de alta acidez, sobre todo en la etapa de reextracción. Este proceso provoca la formación de aldehídos en el caso de las aldoximas y cetonas en el caso de las cetoximas, compuestos que poseen estructuras completamente diferentes y que carecen de los componentes activos necesarios para el intercambio iónico (Velásquez, 2015, pp. 50-53).

1.1.2.2. Formación de crudo

La fase orgánica, que es la solución que contiene el extractante selectivo para el cobre, se recircula durante las etapas de extracción y re-extracción para la transferencia de cobre de una fase a otra. Con el tiempo, esta recirculación da lugar a la acumulación de compuestos químicos conocidos como surfactantes, los cuales, al ser tensoactivos, disminuyen la calidad de la fase orgánica al reducir la tensión superficial de los líquidos impactando de manera negativa en parámetros como el tiempo de separación de fases y la eficiencia de extracción. La acumulación de estos tensioactivos favorece también la formación de una emulsión conocida como

"crudo". Este elemento indeseable debe ser tratado, ya que contiene fase orgánica que si no se recupera, puede afectar negativamente el inventario de la fase orgánica. Cole & Zambra (2015) dan cuenta que estos elementos químicos tienen diferentes orígenes, entre los cuales destacan la materia orgánica presente en el agua de proceso, la introducción de materia orgánica descompuesta proveniente de la etapa de lixiviación, conocidos como humatos y fulvatos, y el contacto de la fase orgánica con lubricantes, como grasas y aceites, utilizados en los equipos de planta.

1.2. Formulación del problema

La extracción por solventes de cobre enfrenta un reto importante debido a la generación de emulsiones denominadas "crudo", “borra” o “crud”, que influye negativamente en la eficiencia del proceso y en los niveles de inventario de orgánico en las plantas de extracción por solventes. La transferencia de tensioactivos derivados de materias orgánicas en el proceso de lixiviación, junto con la degradación química del extractante, ayuda a estabilizar estas emulsiones, resultando en una disminución del rendimiento en la etapa de extracción.

En este escenario, el yeso, conocido por sus propiedades de deshidratación y su estructura química que facilitan la absorción y liberación de agua, podría representar una solución viable para abordar estos inconvenientes.

Bajo el argumento expuesto, se plantea el siguiente cuestionamiento buscando contribuir a la formulación de un innovador procedimiento que mejore la recuperación de la fase orgánica contenida en el crudo:

¿Cómo influye el uso de yeso como agente deshidratante en el tratamiento de crudo generado en extracción por solventes de cobre?

1.3. Justificación e importancia

1.3.1. Justificación técnica

La utilización del yeso como deshidratante en el tratamiento del crudo generado en la extracción de cobre por solventes representa una innovación en la recuperación de la fase orgánica que merece un estudio detallado.

Este análisis se centra en la capacidad del yeso para retener humedad, buscando demostrar su eficacia en desestabilizar emulsiones de crudo al absorber parte del componente acuoso presente en la emulsión. Este enfoque podría optimizar la recuperación de la fase orgánica, mejorando así la eficiencia del proceso de extracción y el rendimiento económico en las plantas hidrometalúrgicas de cobre, al mismo tiempo que se plantea el uso de este tratamiento innovador parta contrarrestar la formación de crudo en plantas de extracción por solventes de cobre.

La estructura química del sulfato de calcio conocido como yeso, contiene dos moléculas de agua, según El portal especializado en la divulgación de información científica en temas de geología Geologyscience (2018), hace referencia a su capacidad de hidratación y deshidratación como una de las características más relevantes del yeso, es decir que es capaz de absorber y desprender moléculas de agua de su estructura.

1.3.1.1. Desestabilización de emulsiones por deshidratación

Marfisi (2005) en su tesis de doctorado señala la utilización de agentes químicos deshidratantes en el tratamiento de emulsiones generadas durante la extracción de petróleo, menciona que la aplicación de estos deshidratantes desestabiliza la acción de los agentes emulsionantes presentes en el crudo, como los surfactantes, que son responsables de mantener la estabilidad del crudo. Del mismo modo Chuiza (2017) indica que el uso de extractos de mora y pino usados como desmulsificantes naturales, presentan características deshidratantes confiriéndoles propiedades desestabilizadoras en emulsiones de agua en aceite, concluye que el porcentaje de agua separado es el principal responsable del rompimiento de crudo.

1.3.2. Justificación ambiental

La desestabilización del crudo a través del uso de yeso podría ayudar a reducir el impacto ambiental relacionado con el consumo energético que demanda el uso de equipos usados en el tratamiento de emulsiones en las plantas de SX tales como los tridecanters. Al mejorar la recuperación de la fase orgánica y disminuir el consumo energético, se fomenta una gestión ambiental más sostenible. Además, el yeso es un material natural, abundante y de bajo costo.

1.3.3. Justificación social

El tratamiento de crudo mediante el uso de yeso podría tener un efecto positivo en las comunidades locales, especialmente en la región de Tacna, donde

hay canteras de yeso. La disponibilidad de este recurso en la zona facilita su utilización tanto a nivel local puesto que existe una planta de SX de cobre de la empresa Southern Perú en la región Tacna, así como en la exportación a otros países que utilizan técnicas de extracción por solventes como Chile, México y Estados Unidos. La explotación de las canteras de yeso podría fomentar la creación de nuevas fuentes de empleo en Tacna, proporcionando oportunidades laborales tanto directas como indirectas para la población. Este desarrollo local beneficiaría no solo a los trabajadores de la industria del yeso, sino también a sectores relacionados, como el transporte y la comercialización, contribuyendo al crecimiento económico de la región.

Además, al incorporar el yeso en el proceso de extracción de cobre a nivel internacional, Tacna podría posicionarse como un proveedor estratégico de este material, diversificando su economía y aumentando su competitividad en el mercado. Esto fortalecería tanto social como económicamente a las comunidades locales, promoviendo una minería más responsable y eficiente.

1.3.4. Justificación económica

La investigación se orienta hacia la mejora de la eficiencia en la extracción de recursos metalúrgicos. Al utilizar yeso como agente deshidratante, se podría reducir el costo de procesamiento y aumentar la rentabilidad de las operaciones mineras. El uso de un recurso local, como el yeso de las canteras de Tacna, no solo garantiza un suministro sostenible, sino que también reduce los gastos de transporte

y la compra de insumos externos. Esto podría ofrecer una ventaja competitiva, los expuesto justifica el enfoque económico para dar viabilidad al presente estudio.

1.3.4.1. Canteras de yeso en Tacna

El informe de Ampudia (2014) presenta información sobre la disponibilidad de esta materia prima en la región de Tacna y señala que la extracción de yeso en el distrito de Calana está a cargo de la empresa minera Yura, perteneciente al grupo Gloria. La presencia de minería no metálica como la extracción de yeso en la región Tacna, es favorable para el desarrollo de la presente investigación.

1.3.5. Importancia

La importancia de esta investigación radica en su capacidad para enfrentar un desafío crítico en todas las pantas de SX de cobre: la formación de crudo que afecta la eficiencia del proceso. Al estudiar el uso del yeso como agente deshidratante, se busca no solo contribuir al avance de las técnicas hidrometalúrgicas, sino también promover prácticas más sostenibles, eficientes en la industria y aprovechamiento de recursos propios de la región Tacna como es el caso del yeso.

La recuperación de la fase orgánica del crudo podría tener un impacto significativo en la economía de las operaciones mineras, si se tiene en cuenta que el extractante contenido en el orgánico es el reactivo más caro en una planta de extracción por solventes tal como afirma Navarro et al. (2020) que lo califica como

el elemento más costoso en la planta industrial por lo que su reutilización y la minimización de pérdidas, como la generación de curdo, es un aspecto fundamental.

1.4. Alcances y limitaciones

1.4.1. Escalabilidad de los resultados

La elaboración de soluciones sintéticas, es decir soluciones que se prepararon en el laboratorio como electrolitos de cobre, solución orgánica y crudo que evidentemente presentan características diferentes a las soluciones obtenidas en el proceso industrial de extracción por solventes de cobre, representa un desafío para escalar directamente los resultados obtenidos a nivel de laboratorio hacia un contexto industrial. Para contrarrestar esta situación es recomendable realizar pruebas a escala piloto, donde además de forma específica, es recomendable utilizar soluciones propias de cada operación metalúrgica puesto que estas soluciones son influidas de forma particular para cada tipo de mineral procesado, además de ello, se debe considerar que en el mercado existen diferentes formulaciones químicas de extractantes por lo que las características de crudo generado en las plantas no pueden ser generalizadas.

1.4.2. Manipulación de productos químicos

La evaluación del tratamiento de crudo con yeso implicó la manipulación de productos químicos que representan riesgos para la salud. Entre los reactivos peligrosos, destaca el ácido sulfúrico, un ácido inorgánico clasificado como fuerte, que puede causar quemaduras al contacto directo con la piel. Asimismo, la

preparación de solución o fase orgánica requirió manejar reactivos como extractantes y diluyentes, que son compuestos a base de hidrocarburos. Por lo tanto, resultó fundamental utilizar el EPP adecuado para manipulación de ácido sulfúrico como guantes de neopreno o nitrilo, así como la protección respiratoria para evitar la inhalación de los vapores orgánicos generados y protección visual con lentes de seguridad.

1.4.3. Características del yeso

Se debe tener en cuenta el tipo de yeso empleado en el tratamiento del crudo puede variar de manera significativa según su lugar de origen. Estas variaciones pueden afectar tanto la composición química como las propiedades físicas del yeso, incidiendo en su capacidad para interactuar con el crudo y en consecuencia, en la eficacia del proceso de extracción.

Así, el uso de yeso proveniente de diferentes canteras podría conducir a resultados diferentes en la recuperación de la fase orgánica. Esto indica, que para respaldar los hallazgos y la viabilidad del tratamiento obtenido sería fundamental llevar a cabo estudios adicionales que aborden la variación de yeso según el lugar de procedencia o extracción.

1.4.4. Condiciones experimentales controladas

Los factores que pueden influir en el tratamiento del crudo, como la temperatura ambiental y la presión atmosférica, son condiciones que se controlan

fácilmente en pruebas de laboratorio. Sin embargo, estas mismas condiciones pueden representar limitaciones al intentar reproducir los resultados obtenidos en entornos industriales.

1.5. Objetivos

1.5.1. Objetivo general

- Evaluar la efectividad del yeso como agente deshidratante en el tratamiento de crudo para la recuperación de la fase orgánica en extracción por solventes de cobre.

1.5.2. Objetivos específicos

- Cuantificar el rendimiento del tratamiento de crudo en términos de porcentaje de la fase orgánica recuperada.
- Caracterización morfológica del yeso usado en la desestabilización del crudo.

1.6. Hipótesis

1.6.1. Hipótesis general

- La utilización de yeso como agente absorbente permitirá la recuperación de la fase orgánica en el tratamiento de crudo obtenido de la extracción por solventes de cobre.

1.6.2. Hipótesis específicas

- El rendimiento del tratamiento de crudo usando yeso como agente deshidratante se puede cuantificar al medir el volumen de fase orgánica recuperada.
- La utilización de técnicas de microscopia de barrido electrónico SEM y EDS, permitirán la caracterización morfológica del yeso utilizado en el tratamiento de crudo.

Capítulo II

Marco teórico

2.1. Antecedentes del estudio

2.1.1. Antecedentes locales

De la Cruz (2022) en su trabajo de investigación sobre la generación de crudo en la extracción por solventes de cobre concluye que una de las variables relevantes es la agitación por encima de sólidos en suspensión de la fase orgánica. Concluyendo que la atenuación hasta un valor de 45 RPM determinó una reducción de 28.73 % de crudo respecto a las mediciones iniciales.

Ramírez (2023) consideró en su investigación, como variables principales en el tratamiento regenerativo de orgánico, la agitación y dosificación de arcilla. El estudio determinó a la agitación como variable principal en la obtención de los niveles de tensión interfacial alcanzados después del tratamiento de la solución orgánica. Se determinó, que los valores óptimos para un adecuado tratamiento fueron de 5 kg/m^3 para la dosificación de arcilla y 20 minutos para el tiempo de agitación.

2.1.2. Antecedentes nacionales

Chuchullo (2015) en su estudio del uso de diatomita para filtrar la solución de SX refiere que el arrastre orgánico desencadena pérdidas de orgánico recomendado el trabajo en orgánico continuo para evitar esta pérdida; sin embargo, incrementa el espesor de la banda de dispersión que resulta en una disgregación más compleja del orgánico, con pérdidas de orgánico entre 50 y 80 ppm. Además, obtuvo que la aplicación de la limpieza con diatomitas logra una concentración de ion férrico menor a 1 % del total de Fe^{+3}.

Alvarado & Arisaca (2023) refieren que el crudo o borra es una emulsión que perjudica la funcionalidad del orgánico en la etapa SX y realizó un estudio sobre el efecto de tres parámetros como la acidez, agitación y relación volumétrica de la fase solución ácida-emulsión estable. La muestra de 100 gramos de crudo presentaba las siguientes concentraciones de cobre 1,05 g., fierro 0,48 g. y manganeso inicial 0,15 g. Logrando una recuperación máxima de 32,56 % de cobre.

2.1.3. Antecedentes internacionales

Los procesos de extracción con solventes de cobre a menudo implican el uso de fases orgánicas que pueden degradarse con el tiempo, lo que afecta la eficiencia y la calidad del proceso de extracción. A continuación, se presentan resúmenes sobre el tratamiento orgánico y los desafíos asociados con la extracción con solventes de cobre:

Kishiko & Nheta (2022) menciona que, en la extracción con solvente de cobre, se ha observado que el extractante a base de hidroxioximas fenólicas se deteriora progresivamente durante la extracción. Se utilizó arcilla activada con hidróxido de sodio (NaOH) para regenerar el extractante deteriorado. Después de la etapa de regeneración, el rendimiento de la fase orgánica mejoró: la eficiencia de extracción aumentó del 67 al 97,3 % como máximo, la selectividad de Cu/Fe aumentó de 169 a 283 y el tiempo de desconexión de la fase disminuyó de 113 a 88 segundos.

Liu et al. (2015) refiere que, si se emplea la extracción con solventes para extraer cobre de minerales de sulfuro de baja ley, algunos productos químicos orgánicos se arrastrarán en forma de emulsión y se disolverán químicamente en el refinado acuoso. Los productos químicos acuosos arrastrados, siempre se transfieren del refinado acuoso reciclado a la pila de biolixiviación. En este trabajo se investigó el impacto de los productos químicos orgánicos residuales sobre la actividad y la capacidad de biolixiviación de Acidithiobacillus ferrooxidans (A. ferrooxidans), considerando la concentración de LIX984N, la velocidad de agitación y el ciclo de extracción-stripping como parámetros influyentes. Se encontró que la concentración de químicos orgánicos en el refinado aumentó con el aumento de la concentración de LIX984N y, consecuentemente, la actividad metabólica de A. ferrooxidans disminuyó el ion ferroso (Fe^{2+}). La tasa de oxidación disminuyó en un 75% cuando la concentración de LIX984N en la fase orgánica fue

del 15% v/v. La inhibición más fuerte se encontró con la aplicación de una fase orgánica fresca y a 300 rpm de velocidad de agitación.

2.2. Bases teóricas

2.2.1. Extracción por Solvente o SX

Zhang & Hu (2013) mencionan que la extracción por solventes, también conocida como extracción líquido-líquido (LLE), es una técnica ampliamente utilizada para separar compuestos en función de su solubilidad en dos líquidos inmiscibles diferentes, normalmente un disolvente orgánico y agua. Este proceso es fundamental en diversas industrias debido a su eficiencia, selectividad y versatilidad. Por lo general, implica una fase acuosa y una fase orgánica. El soluto se disuelve preferentemente en una de estas fases, lo que permite la separación. Además, el proceso LLE se basa en la solubilidad del soluto en diferentes solventes. Para un sistema dado, el soluto se distribuirá en diferentes solventes a una cierta relación de partición, y esta relación no cambiará a medida que el sistema alcance el equilibrio. Las propiedades del sistema LLE, y algunas definiciones importantes según los autores, son las siguientes:

- **Relaciones de partición de equilibrio**: En el estado de equilibrio ideal, la concentración de soluto es lo suficientemente baja como para que cada molécula de soluto esté rodeada por la solución y las dos fases del soluto disuelto, estén en el mismo estado molecular; por lo tanto, la fracción de peso del soluto en el extractante (y) dividida por la fracción

de peso del soluto en el diluyente (x) en la condición estable dada es constante, denominada relación de partición (K), como se muestra en la ecuación [1]:

$$K = y / x \qquad [\,1\,]$$

- **Coeficiente de distribución.** En una situación real, el soluto estará en diferentes estados en diferentes fases y se intercambiarán diferentes estados de soluto según la solución. Por lo tanto, la relación de partición no es una constante, sino que cambiará a medida que cambie el extractante. El coeficiente de distribución se introduce para describir la relación entre la concentración de soluto en el extractante y la de los diluyentes, ecuación [2]:

$$A = \frac{Se}{Sd} \qquad [\,2\,]$$

Donde:

Se: concentración de soluto en el extractante (mol/l) y Sd: concentración de soluto en el diluyente (mol/l).

En una sola etapa de extracción (el extractante se mezcla con el diluyente una vez), y es igual al coeficiente de distribución. En la mayoría de los casos el sistema LLE se opera a través de varias rondas de extracción. Donde el coeficiente de distribución se ve afectado por la

concentración de soluto y extractante, el pH y cualquier otro soluto en el extractante, así como por los diluyentes. Con un valor alto de A, el soluto se extrae más fácilmente. Para las soluciones diluidas del soluto, en condiciones de estado estable, generalmente K alcanzará un valor constante.

- **Factor de separación:** El factor de separación es un factor adimensional que mide el enriquecimiento relativo del soluto en el extractante después del proceso LLE. Para un proceso de separación dado, varios solutos se encuentran en diluyentes. Los solutos deseables y no deseados deben separarse mediante LLE, y el factor de separación es un parámetro para describir la selectividad del solvente, como en la ecuación [3].

$$S_f = \frac{Se/Re}{Sd/Rd} \qquad [\,3\,]$$

Donde:

Sf: factor de separación; Se: soluto deseable en el extractante; Sd: soluto deseable en el diluyente; Re: soluto no deseado en el extractante y Rd: soluto no desea,do en el diluyente.

- **Factor de extracción:** El factor de extracción se define como la cantidad total de soluto en la fase extractante dividida por la cantidad total de soluto en la fase de refinado. Por lo tanto, el factor de extracción

está relacionado con el volumen de extractante utilizado en el sistema. Para muchos procesos comerciales, el factor de extracción está en el rango de 1,3 a 5. El factor de extracción depende de los factores de operación, como la temperatura, el volumen de la solución y la concentración de sal en la solución.

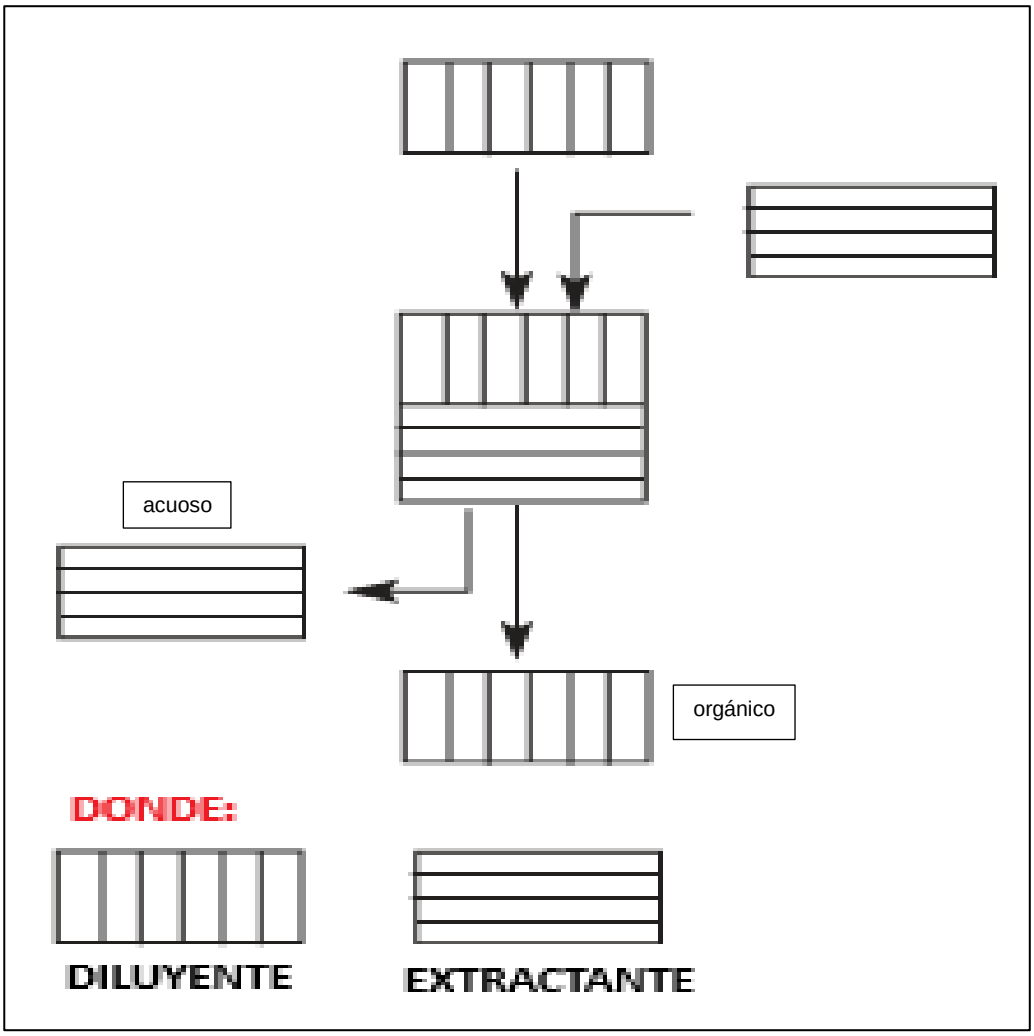
2.2.2. Tipos de extracción por solventes (LLE)

La tecnología LLE está diseñada para adaptarse a diferentes procesos para la extracción eficiente de diferentes solutos. A continuación, se describen varios de los diseños básicos y más utilizados.

- **Extracción estándar:** Esta extracción es el diseño más básico y simple de SX. La fase orgánica se mezcla con la fase acuosa o fase de alimentación en una sola etapa, en varias etapas o de forma continua en dirección de flujo contracorriente (Figura 3). En la mayoría de los casos, ambas fases se introducen en el circuito de forma continua y luego se realiza la reextracción para enviar la fase orgánica hacia extracción nuevamente. El proceso de extracción estándar continua puede extraer solutos de la fase acuosa paso a paso, lo que da como resultado una extracción casi completa. Los contaminantes son un desafío para este proceso simple, ya que se transfieren al orgánico desde la fase acuosa junto con el soluto (Mary et al., 2021).

Figura 3

Extracción estándar

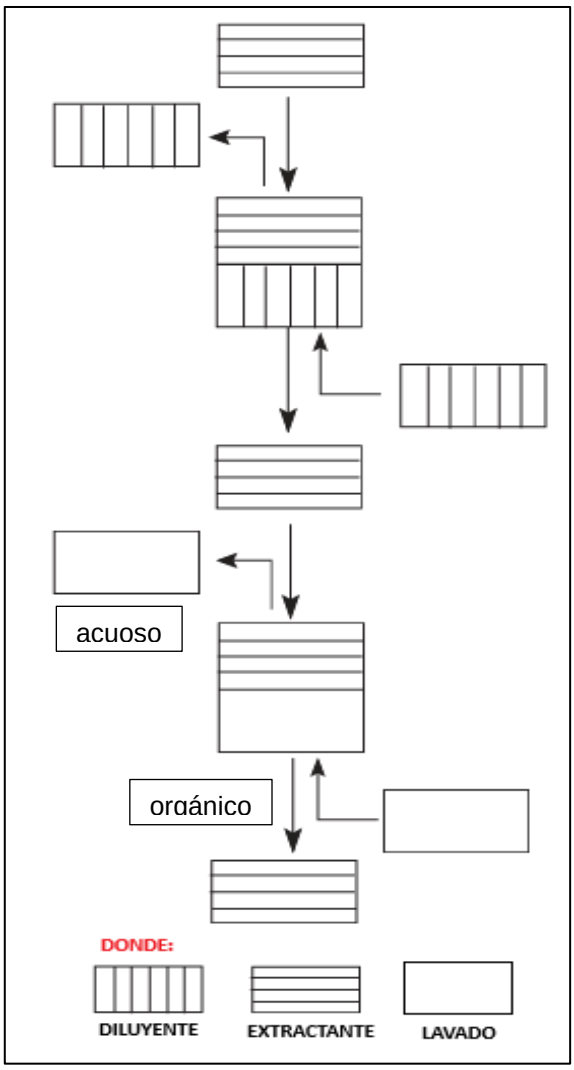


Nota. Adaptada de "Extracción líquido-líquido (LLE)", por Zhang & Hu, 2023. La imagen muestra la extracción estándar de una etapa.

- **Extracción fraccionada:** La extracción fraccionada, también conocida como extracción con solvente dual, es una versión de la extracción estándar, modificada mediante la adición de un paso de lavado (Figura 4).

Figura 4

Extracción fraccionada



Nota. Adaptada de "Extracción líquido-líquido (LLE)", por Zhang & Hu, 2023. La imagen muestra la extracción fraccionada.

La fase orgánica se mezclará con dos tipos de líquidos secuencialmente, el solvente de lavado se mezcla con la fase orgánica en contracorriente en una etapa intermedia. La fase orgánica primero despojará el soluto de

la fase acuosa de alimentación; luego, se mezclará con el solvente de lavado (agua de lavado) para transferir los químicos no deseados. La ventaja de la extracción fraccionada, en comparación con la extracción estándar, es la alta recuperación de soluto y la baja cantidad de contaminante transferido durante el proceso. La extracción fraccionada se puede aplicar al sistema con un factor de separación tan bajo como 4. Este tipo de extracción permite reutilizar el solvente de lavado después de que el soluto se separa del extractante, generalmente es enviado hacia la poza de refinado. La etapa final es direccionar la fase orgánica y el refinado hacia reextracción y poza de refinado respectivamente (Peña et al., 2009).

2.2.3. Aplicaciones industriales del cobre

Srivastava & Wanjari (2024) refieren que el cobre es un elemento versátil y esencial con funciones importantes en varios campos, como la biología, la industria y la tecnología.

A continuación, se presentan las áreas clave que destacan la importancia del cobre:

- El cobre es ampliamente utilizado en diversos sectores industriales debido a su excelente conductividad eléctrica y térmica, estabilidad química y propiedades mecánicas.

- Es ampliamente utilizado en equipos industriales, instalaciones de transporte, mercados electrónicos y eléctricos, medicina, construcción, energía e industrias petroquímicas.
- El mercado eléctrico y electrónico representa más de la mitad de las aplicaciones del cobre, lo que destaca su importancia en la ingeniería eléctrica.
- El cobre se utiliza en diversas aplicaciones, como conectores eléctricos, aplicaciones arquitectónicas y como recubrimiento antimicrobiano para dispositivos médicos implantados.

2.2.4. Extracción por solventes en la recuperación del cobre

Zhu et al. (2012) mencionan que la extracción con solventes (SX) es un proceso hidrometalúrgico ampliamente utilizado para la recuperación de cobre, particularmente a partir de minerales de baja ley y soluciones complejas. Entre los parámetros que influyen está el pH y temperatura donde un pH más alto y unas condiciones de temperatura óptimas mejoran la recuperación de cobre; proporción de fases orgánicas y acuosas(A:O) donde una relación A:O de 1:1 ha resultado eficaz en varios estudios y el tipo de extractante.

Entre las ventajas de la extracción por solventes están:

- **Alta selectividad y eficiencia:** SX ofrece una alta selectividad en la remoción y purificación de metales, lo que lo hace adecuado para producir cobre de alta pureza.
- **Operación a baja temperatura**: El proceso funciona a temperaturas relativamente bajas (por debajo de 50 °C), lo que reduce el consumo de energía
- **Capacidades de reciclaje**: SX permite el reciclaje completo de soluciones estériles, mejorando la sostenibilidad del proceso.

Tabla 1

Principios claves de la extracción con solventes de cobre

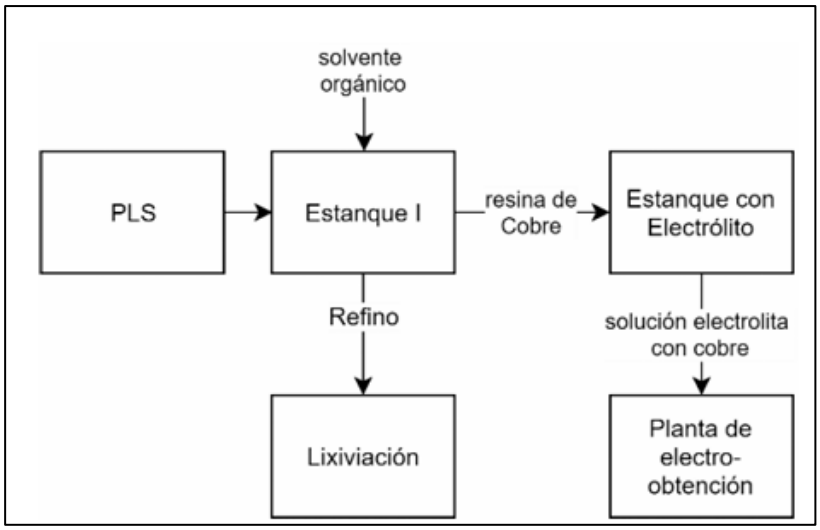
Principio	Puntos clave
Eficiencia de extracción	Influenciado por el tipo de solvente, la temperatura, el pH y la relación de fase. Las condiciones óptimas pueden lograr una extracción del >99%.
Selectividad	Uso de extractantes específicos para la extracción selectiva de cobre. Las técnicas de regeneración mejoran la selectividad.
Desconexión de fase	Mejorado por el tratamiento con arcilla y abordajes microfluídicos.
Condiciones operativas	Sensible a la temperatura y a los sólidos en suspensión. El ajuste del pH y la relación de fase optimiza el rendimiento.
Integración con otros procesos	La combinación con el intercambio iónico (IX) mejora el rendimiento y reduce las limitaciones.
Consideraciones económicas	El proceso combinado IX/SX ofrece menores costos operativos.

2.2.5. Fases del proceso de extracción por solventes

El método de extracción por solventes posibilita la extracción del cobre de la solución PLS mediante el uso de un extractante disuelto en un solvente orgánico (parafina).

Figura 5

Proceso de extracción por solvente



Nota. Adaptada de "Analizador en línea para un proceso de extracción por solventes", por Ayala et al., 2020.

La solución acuosa que posee el cobre es mezclada con el disolvente orgánico que alberga el extractante, la fase orgánica recoge el cobre para aislarlo de las impurezas (como hierro, aluminio y manganeso). La mezcla se divide en dos etapas: la fase acuosa desgastada y la fase orgánica cargada. Generalmente, esta separación se efectúa mediante decantación o centrifugación. La fase orgánica cargada puede ser lavada con una solución acuosa limpia para eliminar impurezas que hayan podido quedarse. La fase orgánica cargada interactúa con una solución

acuosa concentrada de ácido, conocida como solución de re-extracción (Ayala et al., 2020).

2.2.6. Tratamiento de crudo generado en extracción por solventes

Sastre & Szymanowski (2004) refiere que el tratamiento del crudo generado en la extracción por solventes (SX) se realiza con un Tricanter, una centrífuga que separa el crudo en cuatro fases. La extracción por solventes es un proceso hidrometalúrgico que utiliza solventes orgánicos para recuperar el cobre. Las etapas más importantes para el tratamiento del crudo generado en el proceso de SX son:

1. Se acumula el crudo en los sedimentadores.
2. Se retira el crudo periódicamente.
3. Se envía el crudo al Tricanter.
4. El Tricanter separa el crudo en cuatro fases: orgánica, acuosa, sólida y otra.
5. La fase orgánica se recupera y se puede reutilizar en el proceso SX

2.2.7. Definición y principios de la generación de crudo

Seo et al. (2021) mencionan que, en la extracción de cobre con solventes, el término "crudo" o "borras" se refiere a la emulsión interfacial que se forma durante el proceso. Esta emulsión suele ser una mezcla no homogénea de aceite en agua (O/W) que consta de fases orgánicas y acuosas junto con partículas sólidas. La formación de tales emulsiones se puede atribuir a la presencia de varios compuestos

anfifílicos en la fase orgánica, que a menudo se originan por la degradación de reactivos de extracción como el LIX984N. Además, la presencia de emulsiones puede dificultar la eficiencia del proceso de extracción con disolventes. Por ejemplo, el arrastre de productos químicos orgánicos en la fase acuosa puede provocar contaminación y reducir el rendimiento de extracción. Asimismo, las emulsiones pueden causar desafíos operativos, como una mala separación de fases, lo que puede resultar en pérdidas de producción.

La emulsión interfacial en la extracción con solvente de cobre incluye fase orgánica, fase acuosa y partículas sólidas. La fase orgánica a menudo contiene productos degradados de los reactivos de extracción, que contribuyen a la estabilidad de la emulsión. Con el tiempo, los reactivos, como el LIX984N se degradan, lo que conduce a una mayor concentración de impurezas aromáticas densas y compuestos anfifílicos en la fase orgánica. Esta degradación tiene un impacto negativo en el proceso de extracción con solventes al promover la formación de emulsión y deteriorar la separación de fases (Nazari et al., 2014).

2.2.8. Tratamiento de orgánico con arcilla activada

El contacto de la fase orgánica de la planta con arcilla activada permite la eliminación de contaminantes que se acumulan en el circuito, el tipo de arcilla que se utiliza para este fin es bentonita. Este proceso de limpieza se lleva a cabo en tanques cónicos equipados con agitadores para facilitar la mezcla. Después de un

período de sedimentación, se evacua el sólido y la fase orgánica tratada regresa al sistema. La fase orgánica tratada presentará una tensión interfacial (IFT) más alta debido a la eliminación de los elementos tensoactivos responsables de la pérdida de propiedades mencionadas anteriormente. Para evaluar la mejora del orgánico tras el tratamiento con arcilla, se utiliza un parámetro denominado ΔIFT. Su cálculo se realiza estableciendo un valor de referencia para el orgánico tratado con un porcentaje específico de arcilla en relación con el volumen total de orgánico tratado. Se resta la medición de IFT (0%), que representa la tensión interfacial del orgánico sin tratamiento, al valor IFT(x%), correspondiente al tratado orgánico. Se busca que el valor de ΔIFT se acerque lo máximo posible a cero (Cole & Zambra, 2015).

La ecuación para el cálculo de ΔIFT queda establecida mediante:

$$\mathbf{\Delta IFT(x\%) = IFT(x\%) - IFT(0\%)}$$

Cole & Zambra (2015) recomiendan como valor aceptable de ΔIFT para una planta de extracción por solventes de cobre debe ser inferior a 4 dinas/cm. Sin embargo, en 15 de las 44 plantas de SX que operan en América Latina, se han registrado valores superiores al recomendado, lo que indica que estas operaciones no están llevando a cabo un tratamiento adecuado con arcilla activada.

2.2.9. Características y propiedades del yeso

Barbosa et al. (2014) mencionan que el yeso se compone principalmente de sulfato de calcio dihidratado ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$). También puede existir en formas como sulfato de calcio, hemihidrato ($CaSO_4 \cdot 0{,}5H_2O$) y anhidrita ($CaSO_4$). La pureza del yeso puede oscilar entre el 80 % y el 95 %, dependiendo de la fuente y los métodos de procesamiento. Las impurezas en el yeso, como las que se encuentran en el yeso de desulfuración de gases de combustión (FGD), pueden afectar significativamente sus propiedades y comportamiento. Entre sus propiedades físicas tenemos:

- Densidad y porosidad**:** El yeso tiene una densidad y porosidad variables, que pueden verse influenciadas por el método de preparación y los aditivos utilizados. Por ejemplo, agregar agua aumenta la porosidad, pero disminuye la resistencia y la porosidad del yeso puede alcanzar hasta el 69,4 %.
- Resistencia mecánica: La resistencia a la compresión del yeso puede variar ampliamente. El yeso puro tiene una menor resistencia a la compresión en comparación con el yeso dopado con estroncio, que muestra una mayor resistencia a la compresión y una menor solubilidad. La adición de materiales como la limolita o las nanoestructuras de carbono puede mejorar las propiedades mecánicas del yeso.

- Propiedades térmicas: El yeso se deshidrata a altas temperaturas, pasando de dihidrato a hemihidrato y luego a anhidrita. Este proceso afecta a su conductividad térmica, que aumenta a medida que aumenta la porosidad durante la deshidratación. La conductividad térmica del yeso también está influenciada por su composición química y la presencia de aditivos.
- Absorción de agua y solubilidad: El yeso es altamente soluble en agua, que puede ser modificada por aditivos. Por ejemplo, el yeso dopado con estroncio exhibe una solubilidad más baja en comparación con el yeso puro. La capacidad de absorción de agua también está influenciada por la porosidad y la presencia de materiales lignocelulósicos.

2.2.10. Microscopio de barrido electrónico

La técnica de imagen denominada microscopía electrónica de barrido (SEM), emplea un haz de electrones altamente enfocado que se escanea sobre la superficie de la muestra para generar una imagen de alta resolución de su topografía y estructura fina. La detección de electrones secundarios da lugar a imágenes muy detalladas en relieve y con gran profundidad de campo, por lo que el SEM es muy adecuado para el estudio de partículas minerales, superficies de reacción y productos sólidos en procesos hidrometalúrgicos. Cuando el haz incide sobre el material se producen diversas señales (electrones secundarios, retrodispersados, rayos X característicos, etc.). La captación y posterior análisis de la intensidad de

la señal permite generar la morfología superficial y la orientación cristalográfica, también permite identificar el número atómico de los elementos analizados. La detección de electrones secundarios da lugar a imágenes muy detalladas en relieve y con gran profundidad de campo, por lo que el SEM es muy adecuado para el estudio de partículas minerales, superficies de reacción y productos sólidos (Reimer, 1998).

Figura 6

Microscopio electrónico de barrido SEM



Nota. Tomada de "Microscopio electrónico de barrido (FE-SEM) SUPRA 40 (ZEISS)", por UBAEXACTAS, de https://exactas.uba.ar/sic/fe-sem-supra-40-zeiss/.

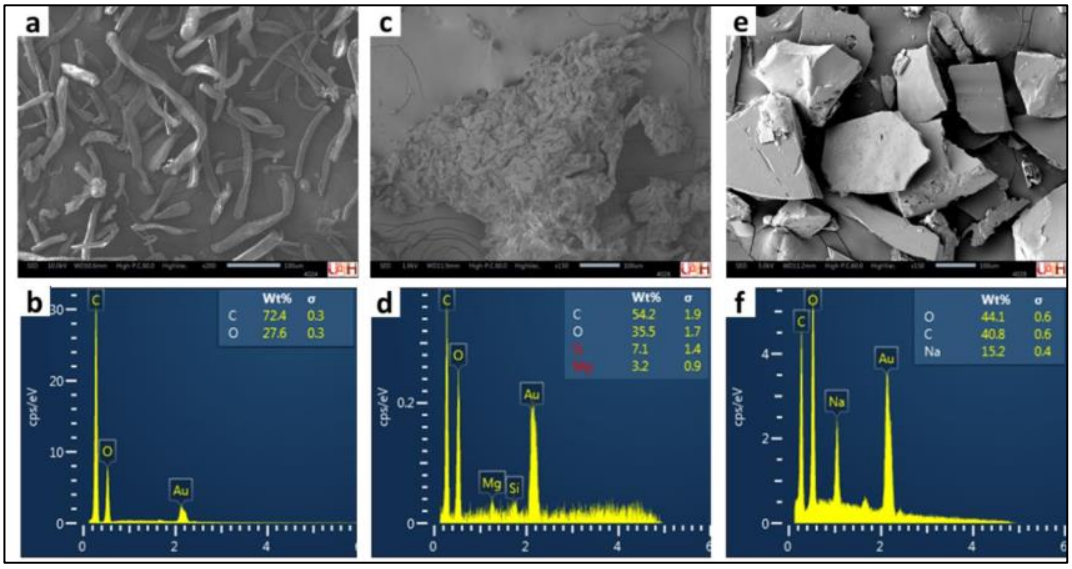
2.2.11. Espectroscopía de dispersión de energía de rayos X

Conocida como EDS por sus siglas en inglés, es una técnica de microanálisis elemental que suele integrarse al SEM para obtener, en el mismo punto analizado, información cualitativa y cuantitativa sobre los elementos presentes. El haz de

electrones incidente ioniza las capas internas de los átomos de la muestra; al relajarse, estos emiten rayos X de energías características de cada elemento, que son detectados y analizados para identificar y estimar la concentración de los elementos. Esta técnica puede considerarse como un componente central del microanálisis por SEM, la combinación SEM–EDS permite generar mapas de distribución elemental a escala micrométrica, herramienta clave para correlacionar la morfología observada (por ejemplo, cristales de yeso, sulfatos de cobre o hierro) con su composición química (Newbury & Ritchie, 2013). Tal como se muestra en la Figura 7, la combinación de ambas técnicas permite el análisis morfológico y la composición química de la sustancia al mismo tiempo.

Figura 7

Complemento de análisis EDS



Nota. Tomada de "Extracción de ibuprofeno empleando dicarboxilato de celulosa nanocristalina" por Montesinos et al., 2023, de https://www.researchgate.net/publication/370383716_Extraccion_de_ibuprofeno_empleando_dicarboxilato_de_celulosa_nanocristalina

2.3. Definición de términos

- Extracción por solventes (SX): Proceso hidrometalúrgico de separación líquido-líquido mediante el cual un metal de interés, en este caso el cobre, es transferido desde una fase acuosa hacia una fase orgánica que contiene un extractante selectivo.
- Fase orgánica: Solución orgánica compuesta de la mezcla entre el extractante y el diluyente, encargada de captar selectivamente el cobre desde la fase acuosa (PLS) durante el proceso de extracción por solventes.
- Extractante: Reactivo químico presente en la fase orgánica que posibilita la transferencia selectiva del cobre desde la fase acuosa, gracias a su afinidad química por este metal.
- Diluyente: Componente líquido que constituye el porcentaje mayoritario de la fase orgánica, actúa como medio de disolución del extractante y facilita su manejo dentro del circuito de extracción por solventes.
- PLS (Pregnant Leach Solution): Solución enriquecida proveniente de la lixiviación, contiene el cobre disuelto y constituye la alimentación acuosa del proceso de extracción por solventes.
- Crudo, crude o borra: Emulsión interfacial estable compuesta por fases orgánica, acuosa y partículas sólidas finas, cuya formación perjudica la

separación de fases, disminuye la eficiencia del proceso y ocasiona pérdidas de fase orgánica.

- Emulsión: Sistema disperso formado por dos líquidos inmiscibles, donde uno se encuentra distribuido en el otro en forma de gotas finas; en la investigación, explica la naturaleza del crudo generado en SX.
- Agente deshidratante: Material o sustancia con capacidad de remover, retener o absorber agua de un sistema. En este estudio, el yeso es evaluado como agente deshidratante para desestabilizar el crudo y favorecer la recuperación del orgánico.
- Yeso: Mineral compuesto principalmente por sulfato de calcio dihidratado ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$), caracterizado por su capacidad de deshidratación, propiedad que sustenta su uso experimental en el tratamiento del crudo.
- Desestabilización de emulsiones: Proceso mediante el cual se rompe la estabilidad del crudo, favoreciendo la separación de sus fases y la liberación de la fase orgánica atrapada.
- Tensión interfacial (IFT): Propiedad física relacionada con la facilidad de separación entre la fase orgánica y la fase acuosa; su alteración refleja la presencia de contaminantes o tensioactivos en el sistema.

Capítulo III

Marco metodológico

3.1. Tipo y diseño de la investigación

Según Rivas (2022), basado en la normativa APA, la investigación cuantitativa se refiere a cualquier estudio en el que sea posible medir, cuantificar o contar las variables definidas, lo que permite generalizar los resultados a una población más amplia. La presente investigación se clasifica como cuantitativa, dado que se centra en la medición numérica y el análisis estadístico de los datos, lo que permite evaluar la eficacia del yeso como deshidratante en la recuperación de la fase orgánica del crudo producido mediante procesos de extracción con solventes de cobre.

El desarrollo de las evaluaciones, el cual incluyó el tiempo que abarca la obtención de los reactivos y la planeación de los experimentos, se llevó a cabo en un período determinado, tiempo en que se recabó la información resultante de las pruebas metalúrgicas lo que permitió analizar las relaciones entre las variables, esta descripción da cuenta de una investigación de carácter transversal tal como lo define la institución ESAN (2024), donde indica que la investigación transversal permite recopilar y analizar información en un determinado periodo de tiempo sobre un fenómeno específico.

Por último, el trabajo también es definido como experimental, pues conllevó la manipulación de variables (ratio de yeso, nivel de agitación) para observar sus efectos en el proceso de desestabilización del crudo, así pues, Ruiz (2019) describe un artículo avalado por la SEFO (Scientific European Federation of Osteopaths) donde explica que la característica principal de una investigación experimental es la manipulación contralada y deliberada de las variables por el investigador con el fin de describir los resultados generados y verificar la hipótesis planteada.

3.1.1. Nivel de investigación

La investigación se considera exploratoria correlacional, es exploratoria puesto que proporciona un entendimiento inicial sobre cómo interactúan las variables planteadas en la recuperación de la fase orgánica mediante la desestabilización del crudo con yeso, a la fecha de la elaboración del presente plan de tesis no se ha registrado una investigación específica sobre el uso de yeso para este fin, Zafra (2006, p.13) cita a Hernández Sampieri para explicar que el nivel exploratorio es aplicable cuando el objetivo es un tema poco estudiado o que no ha sido abordado. Así mismo, es correlacional ya que busca identificar la relación entre el uso del yeso y su efectividad para recuperar orgánico contenido en el crudo, en concordancia con Guillen et al. (2020, p.73) que definen que este tipo de investigaciones buscan la evaluación del grado de asociación de las variables definidas, es decir que después de la medición de cada una de las variables

presuntamente relacionadas, estas son descritas y cuantificadas para medir el nivel de vinculación con la variable de respuesta.

3.1.2. Diseño de la investigación

Se implementó un diseño factorial 2^k con doble repetición que permitió evaluar cómo diferentes combinaciones de los factores (ratio de yeso y nivel de agitación) influyen en la variable dependiente (tratamiento de crudo generado en extracción por solventes de cobre).

Esta herramienta estadística no solo facilita el análisis de los efectos individuales de cada variable, sino que también permite examinar las interacciones entre ellas, lo que contribuye a una comprensión más completa del proceso. Además, se complementó este diseño con la evaluación de puntos centrales para investigar la posible presencia de correlaciones cuadráticas. En otras palabras, esto ayudó a descartar la linealidad en el modelo matemático generado.

Se utilizó el software estadístico Minitab19 (versión de prueba) para el análisis estadístico, según el diseño planteado se evalúo 11 pruebas con los que se generó los grados de libertad suficientes para generar un modelo matemático adecuado. De forma complementaria a las 11 pruebas, se realizó una prueba adicional en donde se utilizó yeso seco, esto se hizo con la intención de evaluar el efecto del tratamiento de secado del yeso antes de ser utilizado como agente deshidratante.

3.1.3. Descripción de las características de la investigación

La investigación se clasifica como cuantitativa, enfocándose en la medición numérica y el análisis estadístico para evaluar la efectividad del yeso como deshidratante en la recuperación de la fase orgánica del crudo generado en la extracción con solventes de cobre. Las evaluaciones se llevaron a cabo en un marco transversal y correlacional, lo que permitió la recolección y análisis de datos durante un período específico, facilitando así la identificación de las relaciones entre las variables. Además, el estudio es de carácter experimental, ya que implicó la manipulación controlada de variables como la proporción o ratio de yeso y el nivel de agitación para observar sus efectos en la desestabilización del crudo.

3.2. Población y muestra

3.2.1. Población

La población, objetivo de esta investigación estuvo conformada por las soluciones sintéticas de laboratorio que formarán y simularán el crudo producido durante el proceso de extracción con solventes de cobre. Estas soluciones se elaboraron empleando reactivos específicos que reflejan las condiciones operativas presentes en las plantas hidrometalúrgicas.

3.2.2. Muestra

Dado que se empleó soluciones sintéticas en un entorno de laboratorio, se aplicó un muestreo no probabilístico. Esto se debe a que la preparación de las soluciones implicó la adquisición de reactivos específicos, como extractante,

diluyente y yeso. El muestreo no probabilístico, permite la selección intencionada de los reactivos y condiciones necesarias para llevar a cabo los experimentos. De este modo, los resultados obtenidos no pueden ser extrapolados a nivel industriales directamente.

3.3. Operacionalización de variables

La operacionalización de las variables consiste en la aplicación de técnicas y métodos que permiten medir las variables involucradas en la investigación, a partir de la operacionalización es posible transformar las variables desde un concepto abstracto a términos medibles, concretos y observables, es decir en dimensiones e indicadores (Coronel, 2023).

3.3.1. Identificación de las variables

Variable dependiente (VD):

- Tratamiento de crudo generado en extracción por solventes de cobre

Variable independiente (VI):

- Uso de yeso como agente deshidratante

Tabla 2

Operacionalización de variables

Variable	Dimensión	Indicador
VD Tratamiento de crudo generado en extracción por solventes de cobre	Porcentaje de orgánico recuperado	%
VI Uso de yeso como agente deshidratante	Ratio de yeso utilizado en relación con el volumen de crudo	g/ml

3.3.2. Caracterización de las variables

- Tratamiento de crudo: Se refiere al procedimiento propuesto que permitirá cuantificar la fase orgánica recuperada de una emulsión de crudo, esta recuperación se expresará como porcentaje del volumen total de la fase orgánica que estaba presente antes de generarse la emulsión. Esta variable indicará la efectividad del uso de yeso como deshidratante del crudo.
- Uso de Yeso: Hace referencia a la proporción de yeso utilizado en relación con el volumen de crudo que se está tratando. Este ratio, es fundamental para determinar la cantidad de yeso necesario para la recuperación de la fase orgánica.

3.4. Técnicas e instrumentos para la recolección de datos

3.4.1. Matriz de pruebas según diseño experimental

Se llevó a cabo las pruebas de rompimiento de crudo, utilizando yeso sin secar en diferentes proporciones y a diferentes niveles de agitación para la mezcla tal como se indica en la siguiente matriz experimental basado en el diseño factorial $2^K*2 + 3$ indicado en la sección 3.1.2. La Tabla 1, indica que se evaluaron los niveles bajos para el ratio y agitación en 2 ml/g y 400 RPM y en niveles altos en 8 (ml/g) y 1200 RPM respectivamente, para el punto central se evaluó en 5 (ml/g) el ratio de mezcla y 800 RPM la agitación.

Tabla 1

Matriz de pruebas

Orden de corrida	Punto Central	Ratio	Agitación
N°		ml/g	RPM
1	no	5	800
2	no	8	400
3	no	2	400
4	no	8	1200
5	no	2	400
6	no	5	800
7	no	8	400
8	no	2	1200
9	si	5	800
10	si	8	1200
11	si	2	1200

Nota. El ratio fue calculado tomando como base 40 ml de crudo, los pesos en gramos de yeso usados en los tres niveles de agitación, 2, 5 y 8, fueron: 20, 8 y 5 g. respectivamente.

3.4.2. Materiales e instrumentos

A continuación, se detalla los materiales e instrumentos utilizados en la realización de las pruebas metalúrgicas.

3.4.3. Materiales y equipos de laboratorio

- Vasos de precipitados
- Probetas
- Pipetas y propipeta
- Balanza analítica
- Agitadores magnéticos
- Estufa eléctrica
- Microscopio de barrido electrónico SEM

3.4.4. Equipos de seguridad

Se mencionan a continuación los siguientes equipos de protección personal (EPP), ya que se llevó a cabo tareas que implicaron la manipulación de sustancias peligrosas como la solución electrolítica de sulfato de cobre que contiene alta acidez.

- Guantes de nitrilo
- Gafas de seguridad

- Batas de laboratorio
- Respirador con filtros para vapores ácidos

Así mismo, se verificó que el laboratorio cuente con botiquín de primeros auxilios a fin de estar prevenidos y actuar rápidamente en caso de contacto con sustancias peligrosas.

3.4.5. Materiales e insumos químicos

- Yeso (sulfato de calcio)
- Extractante oxímico con afinidad para cobre
- Diluyente a fin al tipo de extractante
- Ácido sulfúrico
- Sulfato de cobre diluido
- Agua destilada

Se obtuvo una muestra representativa de yeso de las canteras de Tacna, así como extractante, diluyente y electrolito de sulfato de cobre sintético para la formación de crudo, insumos proporcionados por el laboratorio hidrometalúrgico de la Escuela Profesional de Ingeniería Metalúrgica UNJBG.

3.4.6. Generación de crudo sintético

Para la generación del crudo sintético se utilizó como fase orgánica una mezcla de extractante y orgánico similares a la que se usan dentro de un circuito de

extracción por solventes de cobre. Paralelamente, se preparó una solución electrolítica ácida compuesta por ácido sulfúrico (190 g/l) y una concentración representativa de cobre (30 g/l).

Figura 8.

Insumos utilizados para generar crudo



Nota. Izquierda: Muestra de fase orgánica (5 % de extractante, 95 % de diluyente). Derecha arriba: solución de sulfato de cobre diluido (electrolito). Derecha abajo: muestra de sulfuro fino (m-400).

Posteriormente, se mezcló vigorosamente ambas soluciones durante un periodo aproximado cinco minutos utilizando un agitador magnético a 300 RPM

para simular el contacto turbulento propio de la extracción por solventes, ambas soluciones fueron mezcladas con un ratio de 1:1, una vez iniciada la agitación se le agregó gradualmente sólidos finos (mineral molido a malla -400 de sulfuro de cobre) hasta formar la emulsión. La mezcla se dejó en reposo con el fin de que las fases no emulsionadas se separen, posteriormente se decantó ambas soluciones.

Figura 9

Generación de crudo sintético



Nota. Se utilizó un agitador magnético a 300 RPM para promover la emulsificación.

Figura 10

Decantación del crudo



Nota. Se utilizó una pera de decantación para retirar las fases no emulsionadas (izquierda) y trasvasar el crudo para ser almacenado (derecha).

3.5. Procesamiento y análisis de datos

La utilización conjunta de los siguientes programas garantiza un tratamiento estadístico adecuado de los datos obtenidos en las evaluaciones, mejoran la precisión en el análisis y la claridad en la presentación de los resultados de la investigación sobre el uso del yeso como deshidratante en el tratamiento del crudo producido durante la extracción de cobre.

- Minitab 19: Será utilizado para realizar el análisis estadístico de los datos experimentales.
- Microsoft Excel: Utilizado en la organización y almacenamiento de los datos recopilados durante los experimentos, así como para la generación de gráficos y tablas.
- Microsoft Word: Utilizado en la redacción del informe final de la investigación

Capítulo IV

Resultados y discusión

4.1. Resultados

4.1.1. Caracterización del crudo

El volumen total de crudo sintético generado, fue mezclado con la finalidad de obtener muestras representativas, estas muestras fueron sometidas a centrifugación para separar las fases y cuantificar el contenido de orgánico.

La Figura 11.- Muestra el equipo utilizado, las muestras fueron centrifugadas durante 3 minutos.

Figura 11.

Centrifugación de crudo

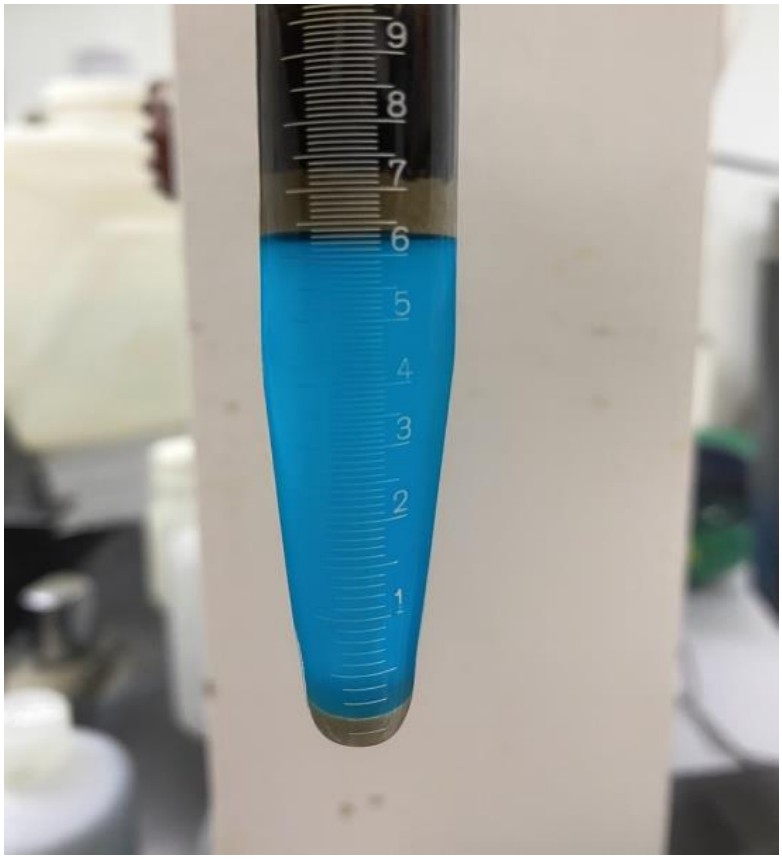


Nota. El equipo fue configurado a 300 RPM para el rompimiento del crudo.

La Figura 12.- Muestra las fases contenidas en el crudo de forma separada producto de la centrifugación aplicada.

Figura 12.

Cuantificación de orgánico.



Nota. La figura muestra la separación de fases obtenidas posterior a la centrifugación aplicada.

El volumen de orgánico separado de cada muestra fue cuantificado, la muestra el porcentaje de orgánico presente en la fase crudo. Este valor servirá como referencia para los cálculos posteriores de cuantificación de orgánico recuperado con el tratamiento de yeso.

Tabla 2

Porcentaje de fase orgánica

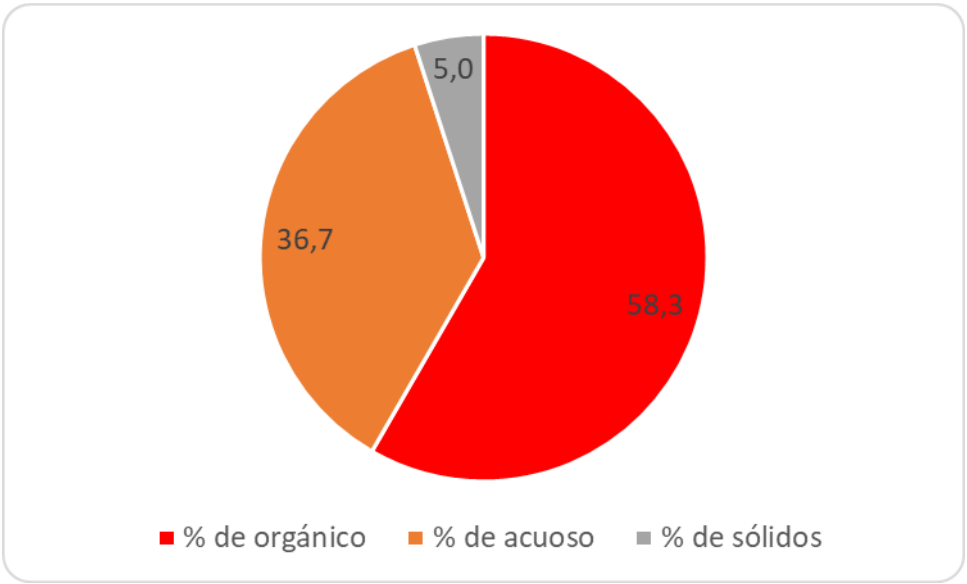
N° de Muestra	Volumen de crudo	Volumen de orgánico	Volumen de acuoso	Volumen de sólidos	Porcentaje de orgánico
	ml	ml	ml	ml	%
1	10	5,9	3,6	0,5	59,0
2	10	5,8	3,7	0,5	58,0
3	10	5,8	3,7	0,5	58,0
				Promedio	**58,3**

Nota. Para cálculos posteriores, se tomó como referencia el promedio de las tres muestras.

La Figura 13.- Muestra el contenido promedio de cada fase contenido en el crudo, se observa como predominante a la fase orgánica.

Figura 13

Caracterización del crudo



Nota. Cálculo de porcentajes de cada fase por cada 40 ml de crudo evaluado.

4.1.2. Tratamiento con yeso húmedo

De acuerdo con la matriz experimental presentada en la sección 3.4.1, la Tabla 3, muestra los resultados de los volúmenes de orgánico recuperado en las 11 evaluaciones.

Tabla 3.

Volumen de orgánico recuperado

Orden estadístico	Ratio	Agitación	Volumen de orgánico
N°	ml/g	RPM	ml
1	5	800	12
2	8	400	6
3	2	400	12
4	8	1200	21
5	2	400	17
6	5	800	16
7	8	400	7
8	2	1200	18
9	5	800	17
10	8	1200	20
11	2	1200	22

Nota. El volumen de orgánico fue cuantificado en cada evaluación usando una probeta graduada (ver Tabla 4)

El resultado de las mediciones de los volúmenes mostrados en la tabla anterior permitió el cálculo de las recuperaciones de orgánico en cada prueba, para ello se tomó como base de cálculo el volumen de crudo usado en cada evaluación (40 ml) y el porcentaje de orgánico contenido en el crudo utilizado, siendo en este caso, 58,3 % según lo mostrado en la Tabla 2. Según esta medición la muestra las recuperaciones de orgánico en cada evaluación.

Tabla 4.

Recuperación de orgánico

Orden estadístico	Volumen de crudo	Volumen total de orgánico	Volumen de orgánico	Recuperación de orgánico
n°	ml	ml	ml	%
1	40	23,32	18	77,19
2	40	23,32	17	72,90
3	40	23,32	12	51,46
4	40	23,32	21	90,05
5	40	23,32	12	51,46
6	40	23,32	17	72,90
7	40	23,32	16	68,61
8	40	23,32	6	25,73
9	40	23,32	20	85,76
10	40	23,32	22	94,34
11	40	23,32	7	30,02

Nota. El orden de evaluaciones corresponde a la matriz presentada en la sección 3.4.1.

Los resultados de recuperación de orgánico mostrados en la Tabla 4, fueron evaluados mediante análisis de regresión factorial en el software Minitab 19 y mostraron el siguiente análisis de varianza.

Tabla 5.

Análisis de varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	3	4512,04	1504,01	12,78	0,003
Lineal	2	3498,38	1749,19	14,86	0,003
Ratio	1	3496,09	3496,09	29,70	0,001
Agitación	1	2,30	2,30	0,02	0,893
Interacciones de 2 términos	1	1013,66	1013,66	8,61	0,022
Ratio*Agitación	1	1013,66	1013,66	8,61	0,022
Error	7	823,92	117,70		
Curvatura	1	710,53	710,53	37,60	0,001
Error puro	6	113,39	18,90		
Total	10	5335,97			

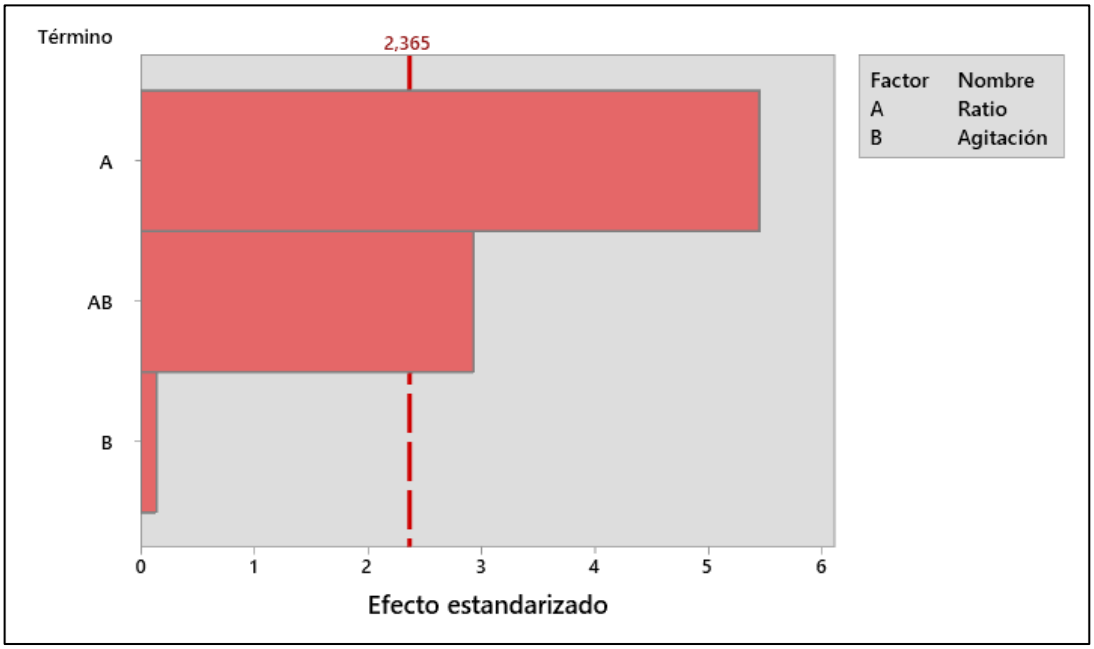
Nota. Resultados con confiabilidad de 95 %.

El análisis de significancia mostrado en la anterior tabla, muestra que el comportamiento lineal del modelo matemático que se generará, es significativamente adecuado para describir la recuperación de orgánico en los parámetros evaluados, indica también que el factor ratio es estadísticamente más significativo que el factor agitación que presenta un valor p demasiado alto.

Lo mostrado en la Tabla 5, guarda relación con el siguiente diagrama de Pareto, en el cual también se muestra al ratio como el factor con mayor incidencia sobre la recuperación de orgánico. Del mismo modo, la interacción entre ambos factores también resulta significativo.

Figura 14.

Diagrama de Pareto



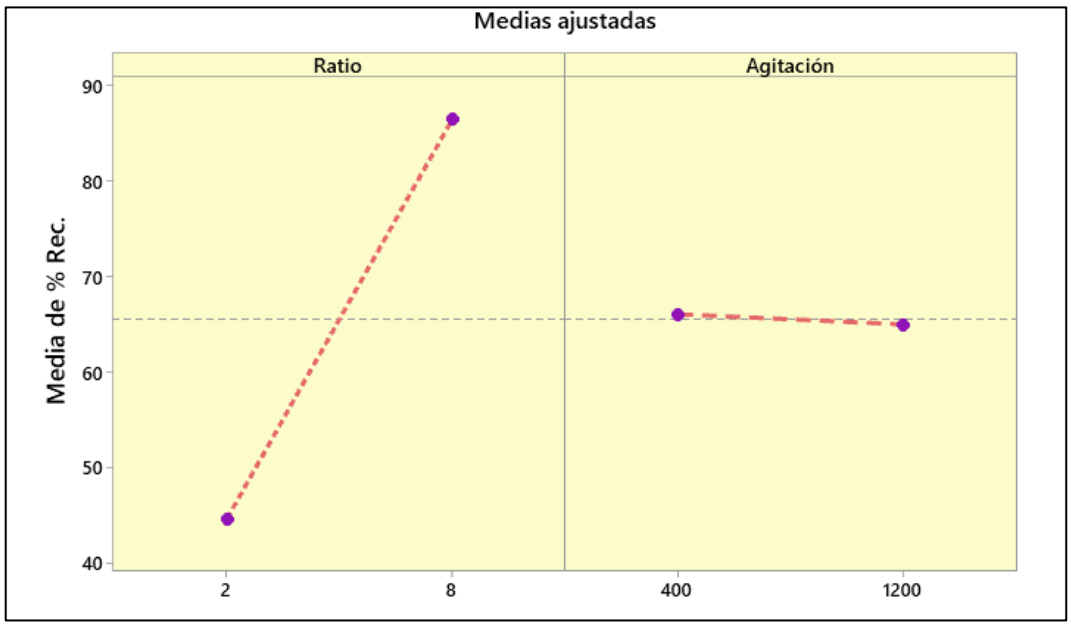
Nota. Resultados con confiabilidad de 95 %.

El efecto generado por cada factor sobre la recuperación de orgánico es mostrado en la Figura 14, donde nuevamente se identifica al ratio como el factor más influyente sobre la recuperación de orgánico, se denota una pendiente muy marcada con efecto positivo; por lo que la relación es directa, también se denota

que el efecto del factor agitación tiene una relación apenas influyente sobre la recuperación de orgánico, aunque tenue, esta relación es inversa.

Figura 15.

Efectos de los factores para la recuperación de orgánico

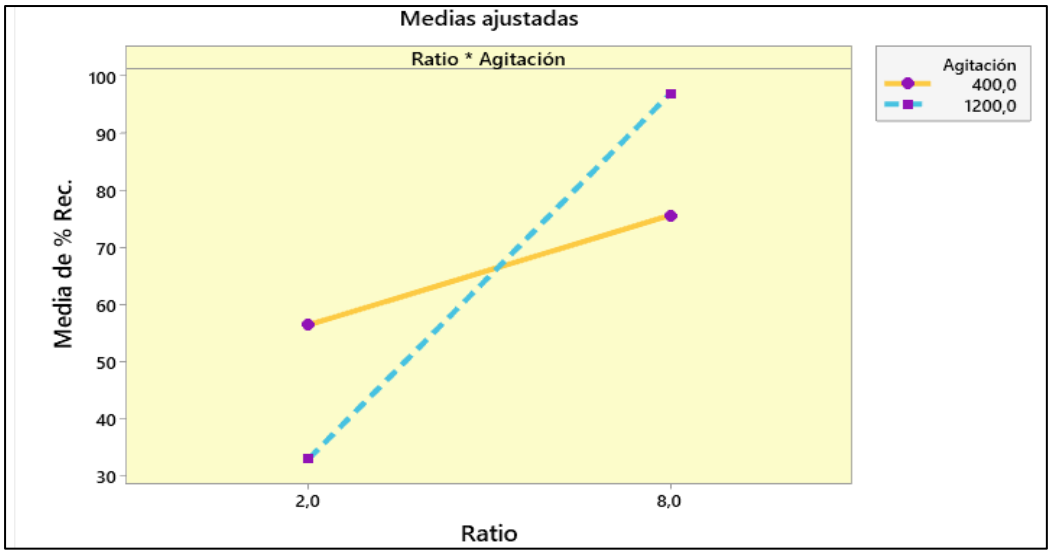


Nota. Resultados con confiabilidad de 95 %.

El análisis de varianza también indica que la interacción de ambos factores tiene incidencia significativa sobre la recuperación de orgánico, según lo indicado en la Tabla 5, el valor p de la interacción de los factores tiene un valor de 0,022 indicando que su efecto es altamente significativo. Esta condición es corroborada en la Figura 16, donde el efecto de ambos factores se entrecruza indicando que el efecto de ambos factores sobre la recuperación de orgánico se ve potenciado cuando ambos se encuentran en niveles altos, es decir 8 ml/g y 1200 RPM para el ratio y la agitación respectivamente.

Figura 16.

Efecto de interacción de factores



Nota. Resultados con confiabilidad de 95 %.

El análisis de bondad del modelo generado en la regresión factorial mostrado en la Tabla 6, muestra un coeficiente de variabilidad S con un valor relativamente bajo de 10,85 lo cual indica que una baja dispersión de la respuesta, los coeficientes de determinación R^2 mostrados indican un ajuste relativamente adecuado para describir la recuperación de orgánico con los dos factores evaluados, nivel de agitación y ratio de yeso evaluado, el coeficiente más adecuado es el que corresponde al R^2 ajustado por tratarse de más de un factor evaluado.

El valor de R^2 ajustado de 77,94 % indica que el modelo generado es bastante bueno para explicar la variabilidad de la recuperación de orgánico con el tratamiento propuesto; así mismo el R^2 de predicción muestra un valor de 71,79 %

lo cual es favorable para poder establecer valores de predicción usando el modelo generado.

Tabla 6.

Análisis de bondad del modelo

S	R^2	R^2 Ajustado	R^2 predicción
10,85	84,56 %	77,94 %	71,79 %

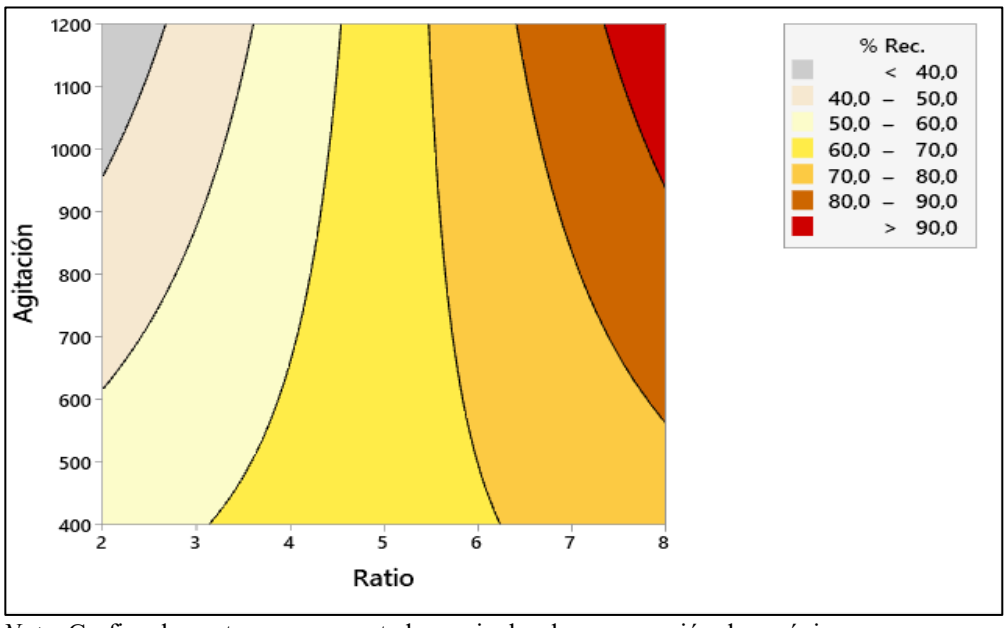
Nota. Resultados con confiabilidad de 95 %.

El análisis de regresión factorial efectuado muestra el siguiente modelo matemático:

$$\% \text{ Rec.} = 69{,}2 - 0{,}54 \text{ Ratio} - 0{,}0482 \text{ Agitación} + 0{,}00938 \text{ Ratio*Agitación} \quad [4]$$

Figura 17.

Gráfica de contorno



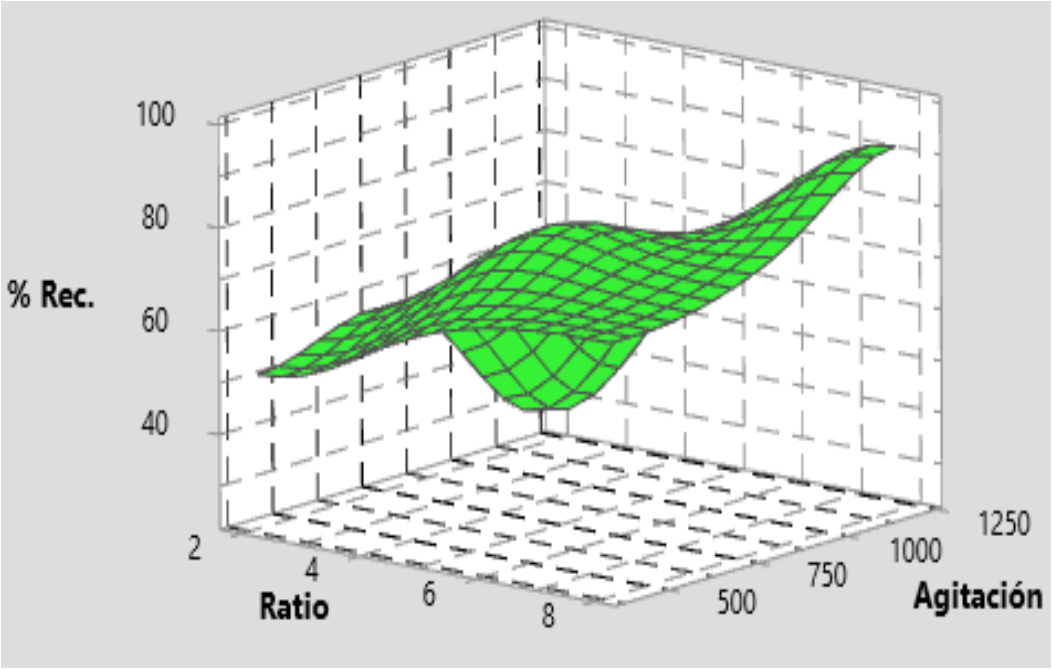
Nota. Grafica de contornos segmentada en niveles de recuperación de orgánico.

La Figura 17. muestra la variación de la recuperación de orgánico segmentada en porcentajes de recuperación en función de los factores evaluados, en ella se muestra que los valores más altos de recuperación son obtenidos en los niveles más elevados de evaluación de ambos factores.

La Figura 18, también indica que la recuperación de orgánico se ve favorecida con el incremento de ambos factores, la figura muestra un pico máximo superior a 80 % de recuperación de orgánico cuando los valores de ambos factores están en sus máximos niveles, es decir 1200 RPM y 8 ml/g respectivamente para la agitación y el ratio de yeso utilizado.

Figura 18.

Superficie de respuesta positiva



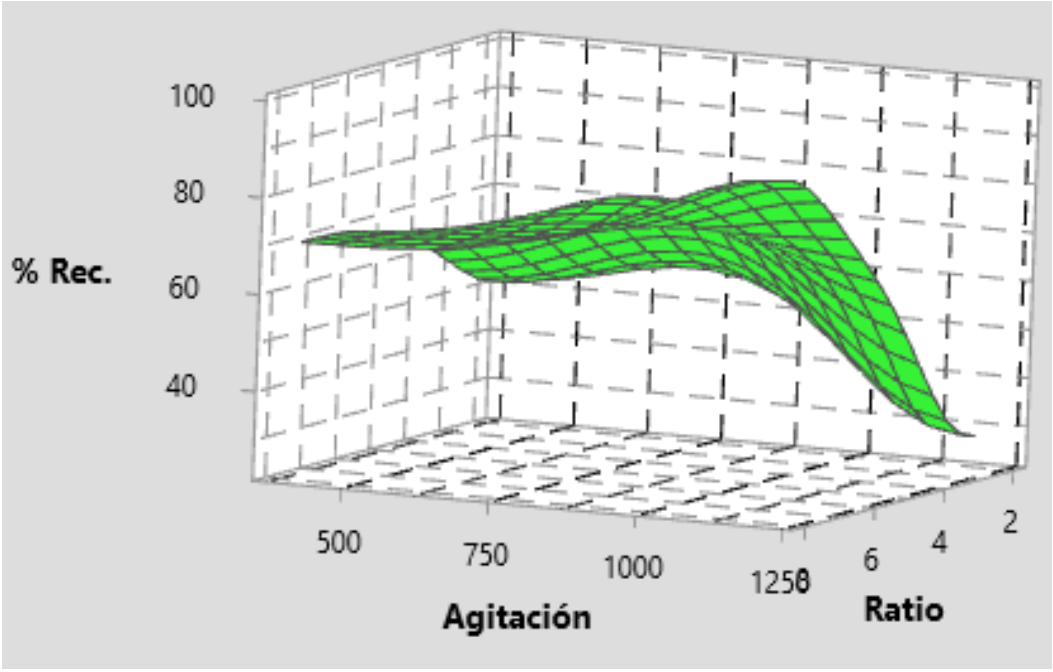
Nota. Grafica basada en el modelo generado de la regresión factorial.

La rotación de la figura permite analizar la situación contraria, es decir el comportamiento de los factores evaluados cuando se obtiene una baja recuperación de orgánico.

De la Figura 19, podemos dilucidar que la combinación de un ratio de yeso 2 ml/g (nivel bajo) con un nivel alto de agitación alto no es favorable para la recuperación de orgánico, la figura muestra que para un ratio bajo de 2 ml/g y un nivel de agitación alto de 1200 RPM, se obtiene una recuperación de orgánico contenido en el crudo inferior al 40 %.

Figura 19.

Superficie de respuesta negativa



Nota. Gráfica basada en el modelo generado de la regresión factorial.

4.1.3. Tratamiento con yeso seco.

Los resultados de la evaluación de si la humedad presente en el yeso utilizado en las evaluaciones anteriores tiene influencia en la recuperación de orgánico, es presentado en la Tabla 7. Para las condiciones de evaluación se utilizó los niveles donde se obtuvo mayor recuperación de orgánico, es decir niveles de 1200 RPM y 8 ml/g para la agitación y el ratio respectivamente.

Tabla 7.

Recuperación de orgánico con yeso seco.

Volumen de crudo	Volumen total de orgánico	Volumen de orgánico recuperado	Recuperación de orgánico
ml	ml	ml	%
40	23,32	22,5	96,48

Nota. El yeso usado fue secado durante 24 horas a 110 °C.

Según lo indicado en la Tabla 8, el retiro de la humedad del yeso permite obtener una recuperación superior de 4,29 % con respecto a cuando se usa yeso húmedo.

Tabla 8.

Diferencia de recuperaciones

Yeso húmedo	Yeso seco
%	%
92,20	96,48

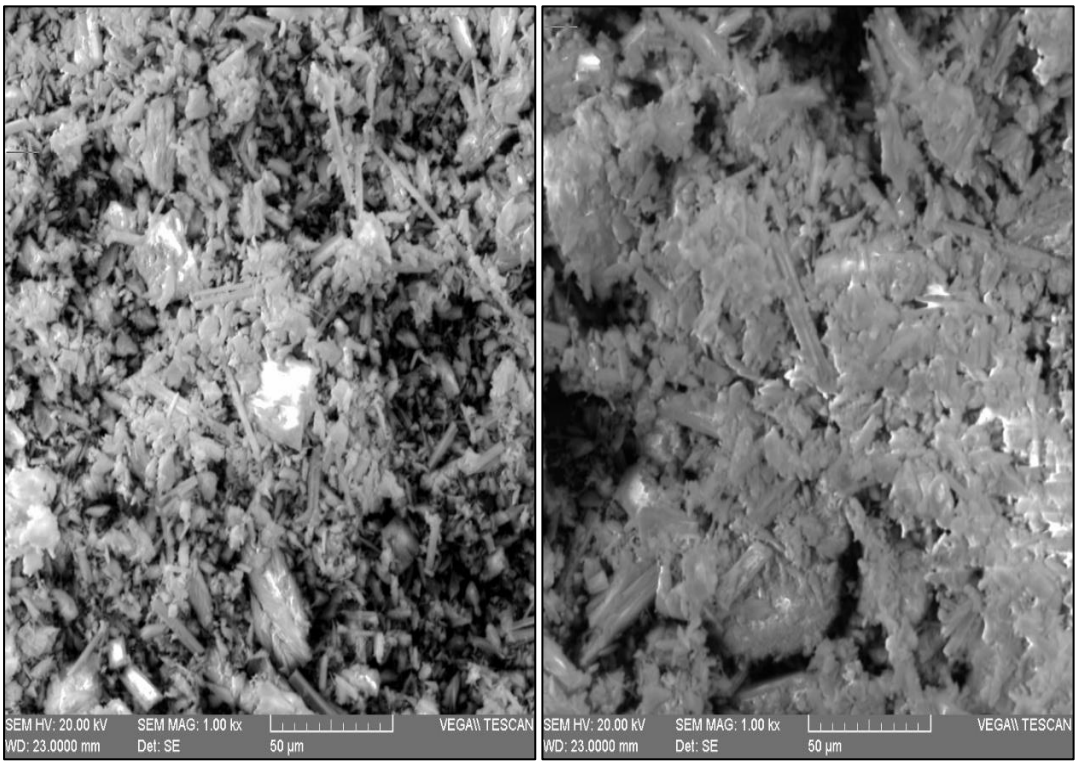
Nota. Los resultados indican una mejor recuperación cuando se utiliza yeso seco.

4.1.4. Análisis morfológico del yeso

La Figura 20, muestra la morfología cristalográfica del yeso húmedo y seco en alta resolución obtenido mediante un microscopio electrónico de barrido (SEM). La figura de la izquierda, muestra cristales un poco menos definidos debido a que la presencia de agua deforma los cristales al aglomerarlos, mientras que la imagen contraria muestra forma de cristales más definidos producto a que el agua fue retirado tras el proceso de secado, estos cristales presentan formas más largas y angulosas mostrando formas menos compactas.

Figura 20.

Análisis microscópico del yeso

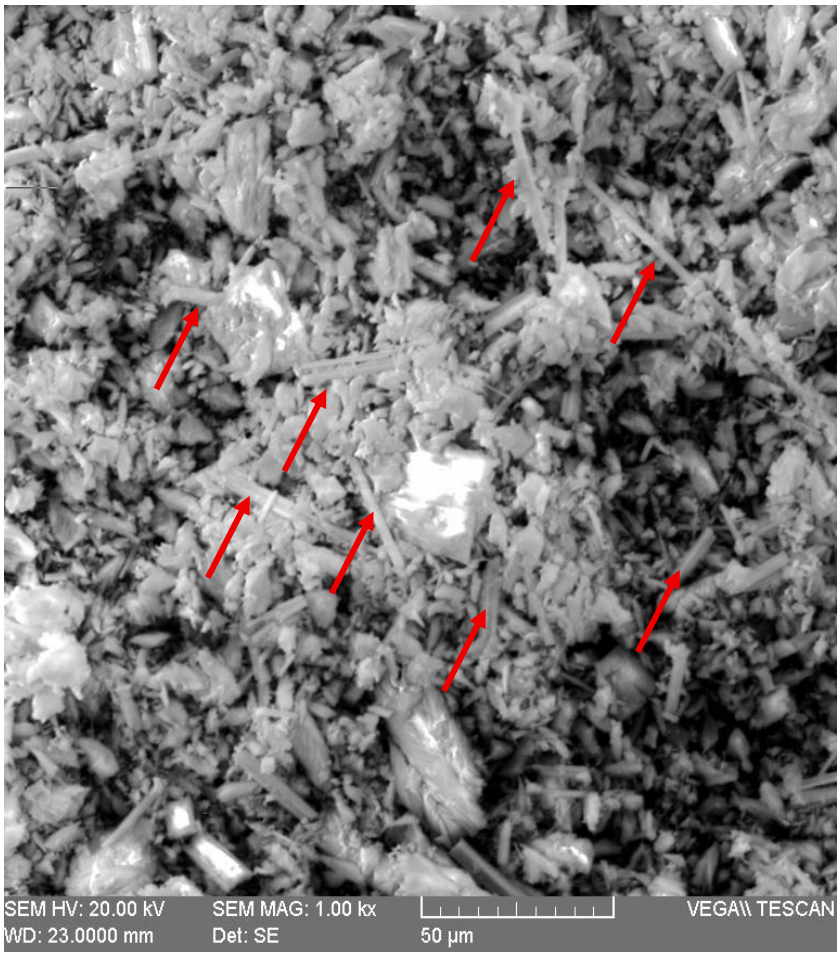


Nota. Izquierda: muestra de yeso húmeda. Derecha: Muestra de yeso de seca.

Si bien la figura de la izquierda corresponde a la muestra de yeso húmedo y presenta formas un poco menos definidas, también es notorio la presencia de cristales bien definidos, lo cual indica que la humedad no es abundante.

Figura 21.

Muestra húmeda de yeso

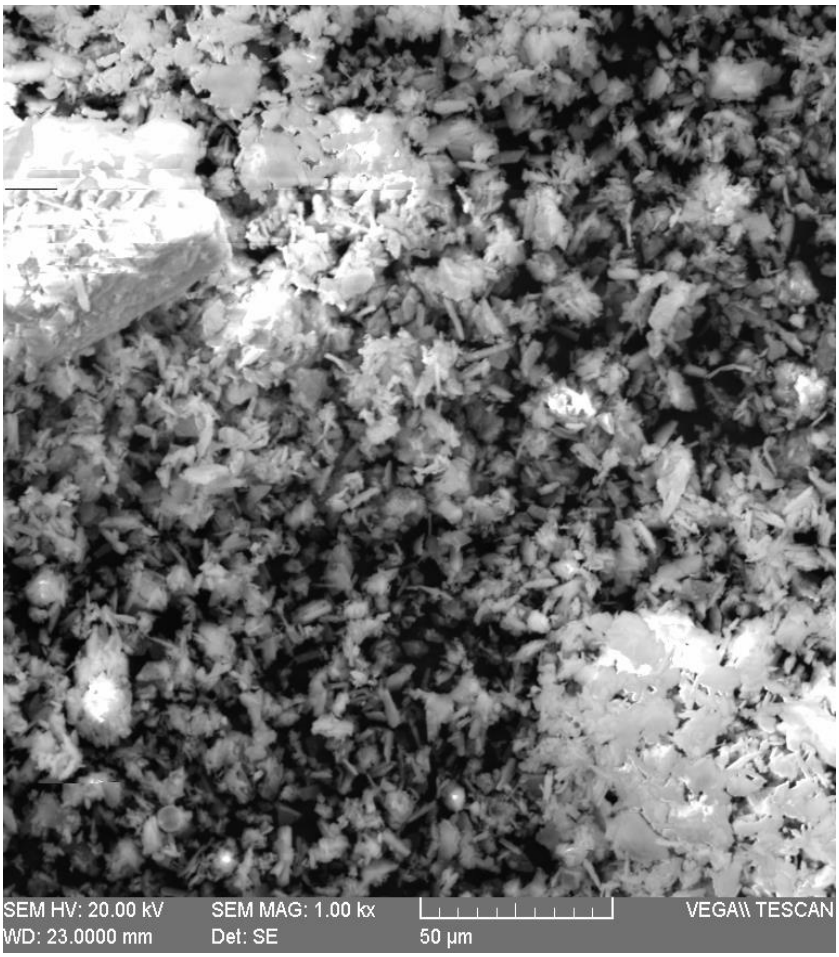


La Figura 21, es la misma figura presentada a la izquierda de la figura anterior, en ella se muestra la presencia de cristales de yeso definidos (señalados con las flechas en rojo) atribuidos a partículas sin humedad.

Esta condición cambia notoriamente según muestra la Figura 22, el cual corresponde a la muestra de yeso usado posterior al rompimiento del crudo.

Figura 22.

Yeso usado en el rompimiento del crudo



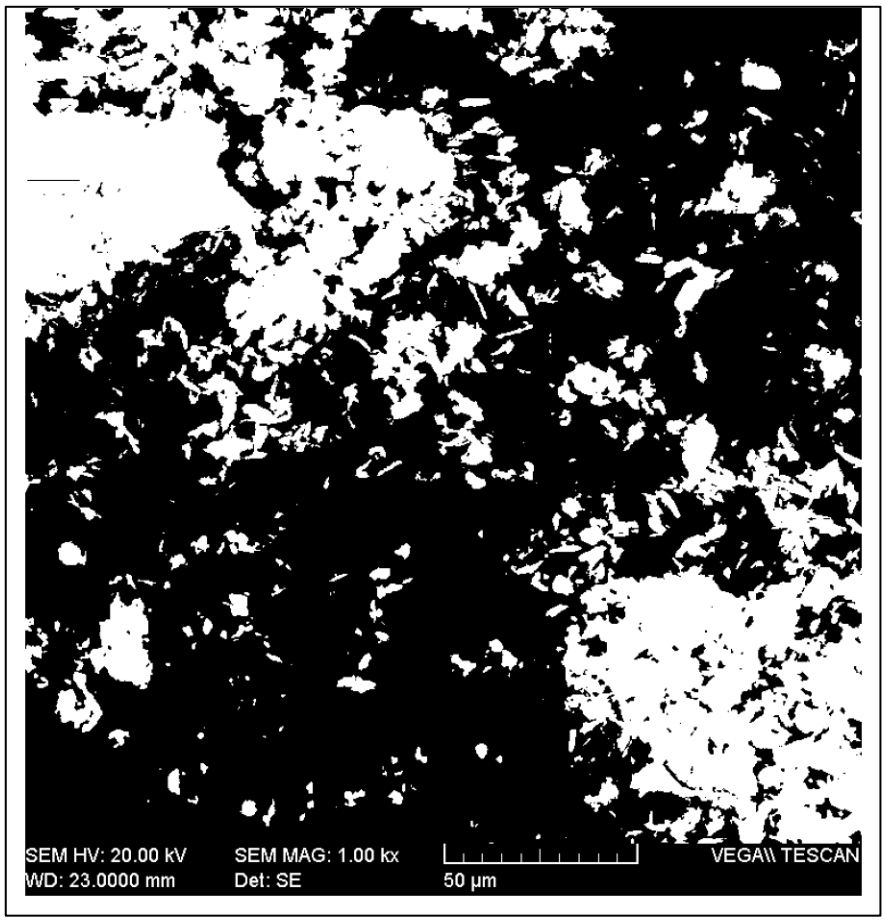
En figura anterior se aprecia cristales más compactos producto de la aglomeración generado por la fase acuosa del crudo, si bien los cristales son menos alargados estos presentan formas más definidas propias de cristales cúbicas y prismáticas que corresponden a cristales de sulfato de cobre y hierro

respectivamente. Estos cristales adoptan esta forma debido a que la fase acuosa del crudo contiene sulfatos disueltos de cobre y hierro.

El contraste aplicado a la figura anterior y mostrado en la Figura 23, permite distinguir con mayor facilidad la zona de ocurrencia de los cristales con formas más definidas (zonas en blanco), la zona oscura indica cristales atribuibles a yeso no aglomerado (formas irregulares), es decir denota un exceso de yeso utilizado.

Figura 23.

Cristales resaltados



Nota. Contraste de la muestra de yeso usado en el tratamiento de crudo.

4.1.5. Análisis cuantitativo del yeso usado.

Las figuras anteriores muestran la aparente formación de cristales de sulfatos de cobre y hierro en la mezcla de yeso y crudo; sin embargo, no indican cuantitativamente la presencia de estos elementos. El análisis microscópico EDS (espectroscopía de dispersión de energía de rayos X) permite cuantificar los elementos presentes en las muestras analizadas.

La muestra el porcentaje de pesos y porcentaje atómico de dos muestras, la primera columna indica los resultados del análisis del yeso antes de ser mezclado con crudo y la segunda muestra los elementos contenidos en la muestra analizada posterior al tratamiento.

Tabla 9.

Análisis cuantitativo de muestras de yeso.

Elemento	Sin tratamiento	Con tratamiento
O K	46,10	47,74
Mg K	0,00	0,56
Al K	0,37	1,00
Si K	1,16	2,26
S K	19,95	19,45
K K	0,00	0,33
Ca K	26,34	20,67
Fe K	0,00	1,23
Cu K	0,00	1,23
Sb L	0,00	4,20
I L	0,00	1,33
Te L	2,14	0,00
Pb M	3,93	0,00
TOTAL	100	100

Nota. Resultados de elementos expresados en porcentaje (%). Las letras K y L que acompañan a los elementos indican el nivel de energía de donde fueron detectados los elementos.

Así mismo, los siguientes picos de energía mostrados en las siguientes figuras resultantes del análisis EDS, confirman la presencia de los elementos indicados en la tabla anterior y guardan relación con los datos mostrados.

Figura 24.

Resultados EDS del yeso inicial

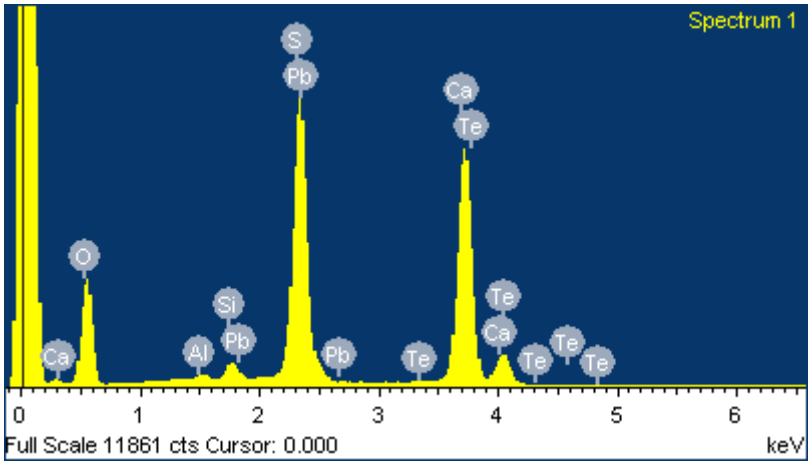
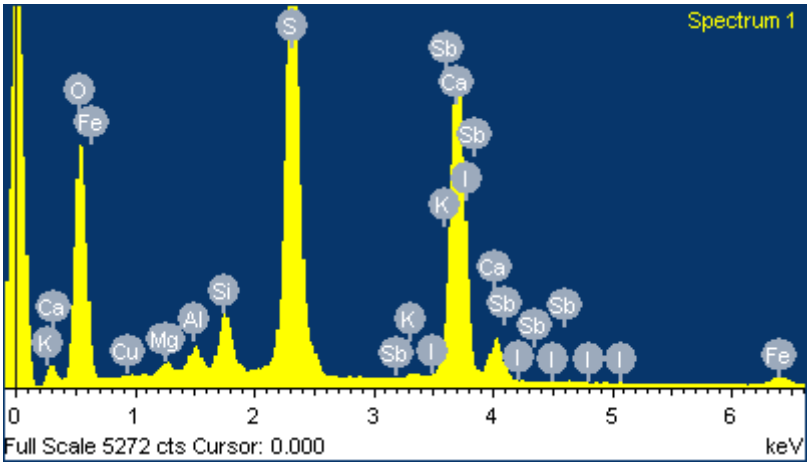


Figura 25.

Resultados EDS del yeso usado en el tratamiento



4.2. Discusión.

La caracterización inicial del crudo generado reveló un porcentaje promedio de 58,3 % de fase orgánica.

Se observa que el tratamiento del crudo con yeso ha demostrado ser eficaz en la recuperación de orgánico, especialmente cuando los factores de ratio y agitación están niveles altos, los resultados mostraron que el factor ratio tiene una influencia estadística significativa en la recuperación de orgánico, con una recuperación más alta observada cuando el ratio y la agitación se encuentran en valores de 8 ml/g y 1200 RPM.

La recuperación mejora cuando se utiliza yeso seco, al comparar los resultados obtenidos con yeso húmedo (92,2 %) y seco (96,48 %), se observa que el secado del yeso mejora la recuperación de orgánico en un 4,29 %.

El análisis de los datos mediante regresión factorial y el análisis de varianza (ANOVA) mostró, que la interacción entre los factores evaluados también tiene un impacto significativo en el rendimiento del proceso. Los análisis de superficie de contorno y respuesta, confirmaron que los porcentajes de recuperación más altos de orgánico (90,05 % y 94,34 %)se alcanzan con los niveles más altos de ratio de yeso-crudo y agitación. El análisis de varianza también evidencia un efecto significativo de la curvatura ($p = 0,001$), resultado directamente asociado con la inclusión de puntos centrales en el diseño experimental (ratio 5 ml/g y 800 rpm de agitación), lo que indica que la respuesta no sigue un comportamiento puramente lineal entre los

extremos de los factores, sino que presenta una superficie de respuesta curvada. Este hallazgo justifica el uso del modelo factorial con interacción y refuerza la conveniencia de plantear, en trabajos futuros, diseños de superficie de respuesta que permitan explorar con mayor resolución la zona cercana al óptimo y describir con mayor precisión la curvatura observada en el sistema.

El análisis microscópico, muestra que el yeso seco presenta cristales más definidos, mientras que en la muestra húmeda los cristales eran más compactos debido a la presencia de agua. El análisis EDS cuantificó la presencia de sulfatos de cobre y hierro en el yeso que se utilizó en el rompimiento del crudo, lo que confirma que estos elementos influencian la morfología y la efectividad del tratamiento de recuperación de orgánico, destacando la importancia de su interacción con el yeso.

Conclusiones

- Bajo las condiciones experimentales evaluadas, el yeso demostró ser un agente deshidratante altamente efectivo para el tratamiento de crudo generado en el proceso de extracción por solventes de cobre, logrando recuperaciones de fase orgánica superiores al 90 % con yeso húmedo y alcanzando hasta 96,48 %, cuando el yeso es previamente secado. Estos resultados validan la efectividad del yeso como material desestabilizante de emulsiones acuoso–orgánico, esto confirma su viabilidad técnica en la recuperación de la fase orgánica.

- La cuantificación del rendimiento mostró, que partiendo de un crudo con 58,3 % de fase orgánica, las recuperaciones obtenidas variaron entre 25,7 % y 94,3 % dependiendo del ratio yeso/crudo y el nivel de agitación. Los análisis factorial y ANOVA evidenciaron que el **ratio yeso/crudo** es el factor más influyente ($p = 0,001$), seguido de la interacción **ratio*agitación** ($p = 0,022$). Las máximas recuperaciones se lograron con ratio 8 ml/g y 1200 rpm, tanto para yeso húmedo como seco. De esta forma, los resultados confirman que el rendimiento del tratamiento está estrechamente relacionado con la proporción de yeso y la agitación, resultado esta variable como aspecto clave en la recuperación de la fase orgánica.

- El análisis morfológico por microscopia SEM reveló que el yeso seco presenta cristales más largos, angulosos y bien definidos, mientras que en el yeso húmedo los cristales aparecen parcialmente aglomerados y menos nítidos, debido a la presencia de agua. Al interactuar con el crudo, la superficie del yeso se enriquece en cristales más compactos de morfología cúbica y prismática, asociados a sulfatos de cobre y hierro. El análisis EDS confirmó la presencia de Cu y Fe en el yeso tratado, lo que evidencia el mecanismo de captura de la fase acuosa y de los iones metálicos sobre la matriz de yeso, captura que genera la desestabilización de la emulsión permitiendo la liberación de la fase orgánica.

Recomendaciones

1. Ampliar el diseño experimental incorporando nuevas variables de operación

A partir de que el ANOVA mostró al ratio como factor dominante, a la agitación con efecto débil y a la interacción como significativa, se recomienda complementar el estudio incorporando al menos dos factores adicionales:

Tiempo de agitación (duración del mezclado)

Temperatura de la fase crudo–yeso, dado que la deshidratación es sensible a la temperatura.

Esto permitiría discriminar si la mejora en la recuperación de orgánico observada a altos niveles de ratio y agitación se mantiene, se potencia o disminuye al modificar estos parámetros.

2. Diseñar un nuevo estudio usando modelos no lineales como los diseños centrales compuestos DCC

La significancia de la curvatura en el ANOVA indica que el modelo lineal factorial es útil, pero no captura completamente el comportamiento de la respuesta. Por ello, se recomienda implementar un Diseño Compuesto Central (DCC) u otro diseño de superficie de respuesta que incluya términos cuadráticos. Esto permitiría:

Ajustar un modelo no lineal más realista.

Mejorar los coeficientes de determinación (R^2 ajustado y R^2 de predicción).

Ubicar con mayor precisión la región óptima de operación en torno a los niveles de ratio, agitación y las nuevas variables que se incluyan donde se observen las máximas recuperaciones.

3. Complementar el estudio con pruebas de lixiviación al yeso usado.

Dado que el análisis EDS confirmó la presencia de cobre en el yeso usado, se recomienda realizar ensayos de lixiviación del sólido agotado (variando pH, agente lixiviante, temperatura y tiempo) para evaluar la factibilidad técnico-económica de recuperar el cobre retenido. Esto no solo permitiría cuantificar la recuperación del metal, sino también definir si el yeso usado puede considerarse un residuo valorizable o una materia prima que puede reutilizarse.

4. Evaluar de manera sistemática el efecto de la humedad del yeso como factor de diseño.

Aunque el estudio permitió comparar el efecto de usar yeso húmedo vs. yeso seco y se observó una mejora de ~4,3 % en la recuperación con yeso seco, esa diferencia se evaluó en un único punto de operación (ratio 8 y 1200 rpm). Se recomienda incorporar la humedad del yeso como un factor más en un diseño factorial o de

superficie de respuesta, para determinar si el efecto positivo del secado se mantiene en otras combinaciones o si está acotado a un rango específico.

5. Validar el modelo con crudo real de planta.

Para que los resultados tengan valor aplicado y no se queden solo en crudo sintético, se recomienda gestionar a través de la Universidad, convenios con la planta de extracción por solventes de cobre de la región Tacna para obtener muestras de crudo real. Con ellas, se podría:

Verificar si el modelo y las condiciones óptimas obtenidas se mantienen en un sistema industrial más complejo (con impurezas, variaciones de composición, etc.).

Ajustar los parámetros del modelo si fuese necesario.

Estimar el impacto potencial del uso de yeso (húmedo o seco) en condiciones de operación de planta.

6. Integrar criterios ambientales y de manejo de residuos en futuros estudios.

Se recomienda que futuros trabajos incorporen la evaluación de:

Riesgos ambientales del sólido si se dispone sin tratamiento,

Opciones de reutilización del yeso agotado (por ejemplo, como material de relleno, en mezclas para construcción o como insumo en otros procesos),

De modo que el esquema de tratamiento no solo mejore la recuperación de orgánico contenido en las emulsiones generadas en plantas de extracción por solventes, sino que también se alinee con criterios de economía circular y gestión responsable de residuos.

Referencias bibliográficas

Alvarado, G., & Arisaca, L. (2023). Evaluación del efecto de la agitación, acidez y relación volumétrica en la fase solución ácida-emulsión estable, sobre muestras de crudo o borra provenientes de la etapa de extracción por solventes para mejorar la recuperación de cobre. In *Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa*. https://repositorio.unsa.edu.pe/items/1e505493-a6c9-4d3a-a780-2fba231c8913

Ampudia, M. (2014). *Yura inicia EIA en Tacna*. https://proactivo.com.pe/yura-inicia-eia-en-tacna/

Ayala, C., Gallardo, J., & Vasquez, R. (2020). Analizador en línea para un proceso de Extracción por Solvente. *Ingeniare. Revista Chilena de Ingeniería*.

Barbosa, A., Ferraz, A., & Santos, G. (2014). Caracterización química, mecánica y morfológica del yeso obtenido en Araripe, PE, Brasil. *Grupo de Pesquisa Em Materiais - GPEM, Instituto de Pesquisa Em Ciência Dos Materiais - IPCM, Campus Juazeiro, BA, Brazil*. DOI 10.1590/s0366-69132014000400007

Chuchullo, H. (2015). Estudio del uso de tierras de diatomita para limpiar por filtración la solución de sx en XSTRATA Tintaya. In *Universidad Nacional de San Agustin*. https://repositorio.unsa.edu.pe/server/api/core/bitstreams/934cc886-f33b-4a7e-8e9d-74b2d8813f92/content

Chuiza, M. (2017). Estudio comparativo de la deshidratación de emulsiones agua en aceite (w/o) en crudos medianos y pesados usando extractos de hojas de mora y corteza de pino. *Journal of the Japan Petroleum Institute*. https://www.redalyc.org/journal/5075/507567825005/html/

Cole, P., & Zambra, R. (2015). *A holistic approach to organic quality in copper solvent extraction.* https://www.researchgate.net/publication/320112696_A_holistic_approach_to_organic_quality_in_copper_solvent_extraction

Coronel, C. (2023). Las variables y su operacionalización. *Revista Archivo Médico de Camagüey*, *27*. http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1025-02552023000100002&lng=es&nrm=iso&tlng=es

De la Cruz, E. (2022). Reducción de crudo generado en extracción por solventes de cobre. In *Universidad Nacional Jorge Basadre Grohmann*. https://repositorio.unjbg.edu.pe/server/api/core/bitstreams/ad8b0e6b-c0e9-4961-8f2a-ad6e84c330e2/content

ESAN. (2024). *Estudios longitudinales y transversales: Pautas para su aplicación*. https://www.esan.edu.pe/conexion-esan/estudios-longitudinales-y-transversales-pautas-para-su-aplicacion

Geologyscience. (2018). *Yeso: propiedades, formación, usos y depósitos*. https://es.geologyscience.com/minerals/gypsum/

Guillen, O., Sánchez, M., & Begazo, L. (2020). *Pasos para elaborar una tesis de tipo correlacional* . https://cliic.org/2020/Taller-Normas-APA-2020/libro-elaborar-tesis-tipo-correlacional-octubre-19_c.pdf

Habashi, F. (2005). A short history of hydrometallurgy. *Hydrometallurgy*, *79*(1–2), 15–22. https://doi.org/10.1016/J.HYDROMET.2004.01.008

Kishiko, R., & Nheta, W. (2022). Regeneration of Degraded Extractant by Sodium Hydroxide Activated Clay and Evaluation of Its Performances in Copper Solvent Extraction. *Proceedings of the World Congress on Mechanical, Chemical, and Material Engineering*. https://doi.org/10.11159/mmme22.118

Liu, X., Li, H., Liu, Y., Su, C., & Sand, W. (2015). Impact of entrained and dissolved organic chemicals associated with copper solvent extraction on Acidithiobacillus ferrooxidans. *Hydrometallurgy*, *157*, 207–213. https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2015.08.010

Marfisi, S. (2005). *Estabilidad de emulsiones relacionada con el proceso de deshidratación de crudos* [Universidad de los Andes]. https://es.firp-ula.org/wp-content/uploads/2019/07/05_DR_Marfisi_S.pdf

Mary, F., Pal, D., & Wasewar, K. (2021). Separation of bio-products by liquid-liquid extraction. *Physical Sciences Reviews*, *6*(4), 1–21. https://doi.org/10.1515/psr-2018-0065

Navarro, P., Vargas, C., Castillo, J., & Sepúlveda, R. (2020). Experimental study of phase entrainment in copper solvent extraction. *DYNA*, *87*(213), 85–90. https://doi.org/10.15446/dyna.v87n213.84413

Nazari, A., Cox, P., & Waters, K. (2014). Copper ion removal from dilute solutions using ultrasonically synthesised BSA- and EWP-coated air bubbles.

Separation and Purification Technology, *132*, 218–225. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2014.05.025

Newbury, D. E., & Ritchie, N. (2013). Is scanning electron microscopy/energy dispersive X-ray spectrometry (SEM/EDS) quantitative? *Scanning*, *35*(3), 141–168. https://doi.org/10.1002/SCA.21041

Peña, F., Lavilla, I., & Bendicho, C. (2009). Miniaturized preconcentration methods based on liquid-liquid extraction and their application in inorganic ultratrace analysis and speciation: A review. *Spectrochimica Acta - Part B Atomic Spectroscopy*, *64*(1), 1–15. https://doi.org/10.1016/j.sab.2008.10.042

Ramírez, B. (2023). Optimización de dosificación de arcilla para tratamiento de orgánico en extracción por solvente de cobre. In *Universidad Nacional Jorge Basadre Grohmann*. https://repositorio.unjbg.edu.pe/server/api/core/bitstreams/9ff20c84-6db8-4e3e-a51c-2cef8357169e/content

Reimer, L. (1998). *Scanning Electron Microscopy* (Vol. 45). Springer Berlin Heidelberg. https://doi.org/10.1007/978-3-540-38967-5

Rivas, A. (2022). *Investigación cualitativa y cuantitativa: Diferencias y usos*. https://normasapa.in/investigacion-cualitativa-y-cuantitativa/

Ruiz, L. (2019). *Investigación experimental*. https://www.scientific-european-federation-osteopaths.org/wp-content/uploads/2019/01/Investigaci%C3%B3n-experimental.pdf

Sastre, A., & Szymanowski, J. (2004). Solvent Extraction Principles. *Encyclopedia of Analytical Science*.

Seo, S., Lee, G. S., Kim, H. R., & Kim, J. G. (2021). Characterisation of parameters influencing the phase separation in copper solvent extraction systems using oxime-type extractants for the field operation. *Metals*, *11*(11). https://doi.org/10.3390/met11111785

Srivastava, T., & Wanjari, N. (2024). Copper and its isotopes: a brief overview of its implications in geology, environmental system, and human health. *Isotopes in Environmental and Health Studies*. https://doi.org/10.1080/10256016.2024.2410290

Velásquez, P. (2015). *Determinación de la degradación de la fase orgánica de plantas de extracción por solventes de cobre a través de cromatografía por*

capa fina mediante el software "tlc analyser". Pontificia Universidad Católica de Valparaíso.

Wilson, A. M., Bailey, P. J., Tasker, P. A., Turkington, J. R., Grant, R. A., & Love, J. B. (2013). Solvent extraction: the coordination chemistry behind extractive metallurgy. *Chemical Society Reviews*, *43*(1), 123–134. https://doi.org/10.1039/C3CS60275C

Zafra, O. (2006). Tipos de investigación dentro del proceso de un estudio. *Evista Científica General José María Córdova*. https://www.redalyc.org/pdf/4762/476259067004.pdf

Zhang, J., & Hu, B. (2013). Liquid-Liquid Extraction (LLE). In *Department of Bioproducts and Biosystems Engineering, University of Minnesota, USA*.

Zhu, Z., Zhang, W., & Cheng, C. (2012). A synergistic solvent extraction system for separating copper from iron in high chloride concentration solutions. *Hydrometallurgy*, *113–114*, 155–159. https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2011.12.016

Anexos

Figura 26.

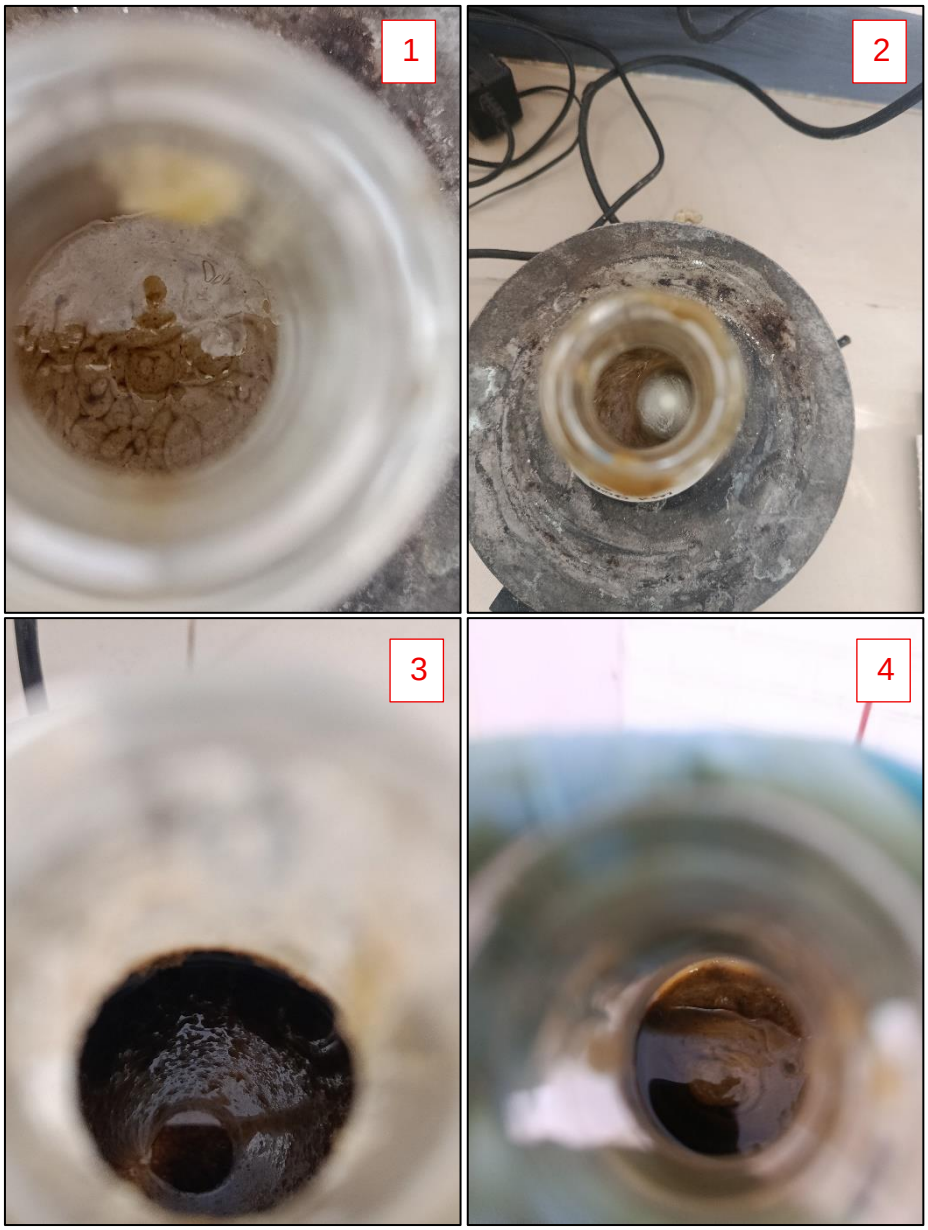
Adición de yeso



Nota. La cantidad de yeso adicionado varió según los establecido en la matriz de pruebas, se utilizó una balanza electrónica con cuatro cifras decimales.

Figura 27.

Secuencia de rompimiento de crudo



Nota. 1: Estado inicial del crudo. 2: Crudo con yeso y agitación. 3: La solución se va tornando de color negro por la liberación de la fase orgánica. 4: Liberación de fase orgánica

Figura 28.

Fases separadas



Nota. La figura muestra la liberación de la fase orgánica, la parte sólida presentó una textura suave y empezó a endurecerse cuando se secó.

Figura 29.

Filtrado post-ruptura



Nota. Una vez concluida la agitación se obtiene dos fases bien definidas que necesitan ser filtradas para separar el orgánico recuperado.