

**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**  
**ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**“OBTENCIÓN DE POLVO DE ZINC METÁLICO  
POR EL MÉTODO ELECTROLÍTICO A PARTIR DE  
LA CHATARRA DE ZINC”**

TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO QUÍMICO

**CHIRRE MENDOZA, LUIS CHRISTIAN**  
**POMA FUENTES, KARINA DEL PILAR**  
**SÁNCHEZ GONZALES, JUAN PEDRO**

Callao, Febrero, 2017

PERÚ

## PRÓLOGO DEL JURADO

La presente Tesis fue Sustentada por los señores Bachilleres **SANCHEZ GONZALES JUAN PEDRO, POMA FUENTES KARINA DEL PILAR** y **CHIRRE MENDOZA LUIS CHRISTIAN** ante el **JURADO DE SUSTENTACIÓN DE TESIS** conformado por los siguientes Profesores Ordinarios:

ING° LIDA CARMEN SANEZ FALCÓN	PRESIDENTE
ING° MARÍA ESTELA TOLEDO PALOMINO	SECRETARIA
ING° ÓSCAR MANUEL CHAMPA HENRÍQUEZ	VOCAL
ING° ROBERTO LAZO CAMPOSANO	ASESOR

Tal como está asentado en el Libro de Actas N° 1 de Tesis con Ciclo de Tesis Folio N° 4 y Acta N° 3 de fecha **VEINTISIETE DE FEBRERO DE 2017**, para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico en la Modalidad de Titulación de Tesis con Ciclo de Tesis, de conformidad establecido por el Reglamento de Grados y Títulos aprobado con Resolución N° 309–2017–CU de fecha 24 de octubre de 2017 y en su Cuarta Disposición Transitoria, norman los requisitos de los expedientes para la obtención del Grado Académico de Bachiller

## **AGRADECIMIENTO**

En primer lugar, queremos expresar nuestro más sincero agradecimiento a nuestro asesor Ing. Roberto Lazo Camposano por darnos la oportunidad de realizar esta tesis bajo su dirección. El apoyo y confianza recibido nos han motivado a completar este trabajo, sin el cual no hubiese sido posible, También deseamos expresarle nuestra gratitud por contribuir a nuestra formación como investigadores.

Así mismo, el agradecimiento más profundo y sentido va para nuestra familia. Sin su apoyo y colaboración no habría sido posible llevar a cabo esta dura tarea. A nuestros padres, por su ejemplo de lucha y honestidad; a nuestros hermanos por su paciencia y generosidad, amigos y demás familia... Va por ustedes!

Finalmente, agradecer la creación del Laboratorio de Investigación de la Facultad de Ingeniería Química de nuestra alma mater Universidad Nacional del Callao por haber puesto a nuestra disposición los medios necesarios para completar las partes experimentales de nuestra tesis.

# ÍNDICE

<b>I. PLANTEAMIENTO DE LA INVESTIGACION</b>	<b>8</b>
1.1 Identificación del Problema	8
1.2 Formulación del problema	8
1.2.1 Problema General	8
1.2.2 Problemas Específicos	8
1.3 Objetivos de la investigación	9
1.3.1 Objetivos General	9
1.3.2 Objetivos Específicos	9
1.4 Justificación	9
1.5 Importancia	10
<b>II. MARCO TEÓRICO</b>	<b>11</b>
2.1 Antecedentes de la investigación	11
2.2 Bases teóricas	14
2.2.1 Principio de la electrolisis	14
2.2.2 Ley De Faraday	14
2.2.3 Propiedades generales de los electrolitos	19
2.2.4 Reactor electroquímico	21
2.3 Marco conceptual	24
2.3.1 Polvos metálicos y su caracterización	24
2.3.2 Polvo de Zinc	27
2.3.3 Usos y aplicaciones del polvo de Zinc	27
2.3.4 Electrodeposición de polvo de Zinc	29
2.4 Definición de términos	30
<b>III. VARIABLES E HIPÓTESIS</b>	<b>31</b>
3.1 Variables de la Investigación	31
3.2 Operacionalización de variables	32

3.3	Hipótesis general e hipótesis específicas	33
3.3.1	Hipótesis general	33
3.3.2	Hipótesis específicas	33
<b>IV.</b>	<b>METODOLOGÍA</b>	34
4.1	Preparación de la Materia Prima	34
4.2	Equipos y Reactivos	34
4.3	Dimensionamiento del reactor electrolítico	35
4.4	Rectificador	36
4.5	Cátodos	36
4.6	Ánodos	38
4.7	Agitación	39
4.8	Elementos Complementarios	39
4.9	Primera etapa de la investigación	41
4.9.1	Preparación de la Materia Prima	41
4.9.2	Pre – Tratamiento de la muestra	41
4.9.3	Ataque químico con ácido sulfúrico al 12,5%	44
4.9.4	Obtención de sulfato de zinc	48
4.10	Segunda etapa de la investigación	49
4.10.1	Acondicionamiento del sistema electrolítico	50
4.10.2	Puesta en marcha-electrodeposición de polvos de zinc	51
4.10.3	Lavado y secado de los polvos de zinc	54
<b>V.</b>	<b>RESULTADOS</b>	57
5.1	Balance de materia	58
5.2	Cálculos experimentales teóricos	59
5.4	Resultado en la tabla ANOVA por MINITAB	62
5.5	Interpretación de los resultados en el paquete estadístico	64
5.6	Propiedades físicas y químicas del polvo de zinc obtenido	64
5.7	Efectos de las variables electroquímicas sobre el tamaño de partícula de los polvos de Zinc	64

<b>VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS</b>	66
6.1 Contrastación de hipótesis con los resultados	66
6.2 Contrastación de resultados con otros estudios similares	66
<b>VII. CONCLUSIONES</b>	68
<b>VIII. RECOMENDACIONES</b>	69
<b>IX. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS</b>	70
<b>X. ANEXO</b>	72
ANEXO N° 1	73
ANEXO N° 2	74

# ÍNDICE DE FÍGURAS

FIGURA Nº 2.1	ESQUEMA DE UN REACTOR ELECTROLÍTICO .....	16
FIGURA Nº 2.2	MOVIMIENTO DE LOS IONES HACIA LOS ELECTRODOS .	22
FIGURA Nº 2.3	POLVO DE ZINC .....	28
FÍGURA Nº 3.1	RELACION DE LAS VARIABLES DE LA INVESTIGACIÓN ..	31
FIGURA Nº 4.1	REACTOR ELECTROLÍTICO .....	36
FIGURA Nº 4.2	RECTIFICADOR .....	36
FIGURA Nº 4.3	CÁTODO DE ACERO .....	38
FIGURA Nº 4.4	ÁNODO DE ZINC .....	38
FIGURA Nº 4.5	AGITADOR MAGNÉTICO.....	39
FIGURA Nº 4.6	SISTEMA ELECTROLÍTICO .....	41
FIGURA Nº 4.7	LÁMINA DE ZINC .....	42
FIGURA Nº 4.8	TROZOS DE LAMINA DE ZINC .....	43
FIGURA Nº 4.9	LÁMINAS DE ZINC EN H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	43
FIGURA Nº 4.10	TRAZAS DE ZINC.....	
FIGURA Nº 4.11	PREPARACION DE H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> AL 12,5%.....	45
FIGURA Nº 4.12	SOLUCION DE H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> AL 12,5% Y CHATARRA DE ZINC.....	
FIGURA Nº 4.13	CONDICIONAMIENTO DE PRE FILTRADO .....	46
FIGURA Nº 4.14	FILTRADO DE LA SOLUCIÓN .....	47
FIGURA Nº 4.15	CALENTAMIENTO DE LA SOLUCIÓN.....	48
FIGURA Nº 4.16	OBTENCIÓN DE SULFATO DE ZINC.....	48
FIGURA Nº 4.17	DISOLUCIÓN DEL SULFATO DE ZINC .....	51
FIGURA Nº 4.18	DESPRENDIMIENTO DE HIDROGENO EN EL CÁTODO.....	53
FIGURA Nº 4.19	ZINC METALICO .....	54
FIGURA Nº 4.20	POLVO DE ZINC HÚMEDO .....	55
FIGURA Nº 4.21	LAVADO DEL POLVO DE ZINC .....	55
FIGURA Nº 4.22	POLVO DE ZINC .....	56

## ÍNDICE DE LISTA

LISTA Nº 4.1	EQUIPO UTILIZADO Y SUS ESPECIFICACIONES .....	34
LISTA Nº 4.2	EQUIPO DE PROTECCIÓN PERSONAL Y HERRAMIENTAS .....	
	PARA EL DESMANTELAMIENTO DE LA PILA .....	35

## ÍNDICE DE TABLAS

TABLA Nº 2.1	PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS DEL SULFATO DE ZINC...	20
TABLA Nº 2.2	PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS DEL POLVO DE ZINC .....	28
TABLA Nº 3.1	OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES .....	32
TABLA Nº 5.1	CUADRO DE VARIABLES .....	60
TABLA Nº 5.2	RESULTADOS OBTENIDOS EXPERIMENTALES DE .....	
	LABORATORIO .....	61
TABLA Nº 5.3	RESULTADOS OBTENIDOS EXPERIMENTALES DE .....	
	LABORATORIO .....	62
TABLA Nº 5.4	REGRESIÓN MULTIPLE .....	63
TABLA Nº 5.5	PROPIEDADES DEL ZINC OBTENIDO .....	76

## RESUMEN

Se diseñó y construyó un sistema electroquímico que consiste de un reactor electrolítico, rectificador de corriente y sistema de secado, para el cual se utilizó chatarra de zinc donde se realizó un ataque químico con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  al 12,5% con la finalidad de disolver el zinc, se calentó a temperatura de  $80^\circ\text{C}$ , para acelerar la reacción, luego el  $\text{ZnSO}_4$  obtenido se llevó a nuestro reactor electroquímico donde se realizó la electrodeposición con el amperaje adecuado, una vez transcurrida la electrodeposición se depositó los polvos, en el cual al mismo tiempo en el cátodo se presentó la reducción del  $\text{Zn}^{+2}$  a Zn metálico en polvo.

Concluyendo que a partir de la chatarra de zinc y trabajando con las condiciones adecuadas como la concentración de solución electrolítica ( $\text{ZnSO}_4$ ), tiempo, temperatura, tamaño de partícula se obtuvo zinc en polvo metálico de buena calidad y cumpliendo así con las NORMAS IEC 60086 parte 2. De las especificaciones técnicas ANSI C181M 2001

Palabras clave : Electrolisis, Zinc, Electrodo, Electrodeposición, Rectificador, Polvo metálico.

## ABSTRACT

Is designed and built a system electrochemical that consists of a reactor electrolytic, Rectifier, components electrical and system of dried, for which is used scrap of zinc where is performed an attack chemical with  $H_2SO_4$  to the 12,5% with the purpose of dissolve the zinc, is heated to temperature of  $50^\circ C$ , for accelerate the reaction, then the  $ZnSO_4$  retrieved is led to our reactor electrochemical where is performed it electrodeposition with the amperage right, a time has elapsed the electrodeposition is deposited them powders, in which to the same time in the cathode is presented the reduction of the  $Zn^{+2}$  to Zn metal in powder.

Concluding that starting from the scrap of zinc and working with them conditions appropriate as the concentration of solution electrolytic ( $znso_4$ ), time, temperature, size of particle is obtained zinc in powder metal of good quality and complying thus with them standards IEC 60086 part 2. Of the specifications technical ANSI C181M 2001

Key words : electrolysis, Zinc, electrode, Electrodeposition, Rectifier, powder metal.

# **I. PLANTEAMIENTO DE LA INVESTIGACION**

## **1.1 Identificación del Problema**

Uno de los temas que preocupa al desarrollo de la sociedad y su relación con el ambiente es la generación de residuos que impactan positivamente o negativamente y lo que se busca es un adecuado tratamiento que no genere residuos nocivos en el medio ambiente.

La pila común como parte de estos residuos son considerados peligrosos debido a que tiene como materia prima insumos peligrosos que al ser expuesta al medio poseen características que los clasifican como tóxicos, corrosivos y que dañan al medio biótico, abiótico, socioeconómico.

Los generadores de residuos nocivos al medio ambiente tienen la responsabilidad de realizar las acciones necesarias tal es así que hoy en día se desarrollan procesos químicos que minimicen los efectos dañinos de los contaminantes generados en distintos tipos de industrias y poder reaprovecharlos en la producción de nuevos usos para el beneficio del país.

## **1.2 Formulación del problema**

### **1.2.1 Problema General**

¿Cómo se podrá obtener el polvo de zinc de buena calidad a partir de la chatarra de zinc por el método electrolítico?

### **1.2.2 Problemas Específicos**

- 1)** ¿Cuáles serán las características físico – químicas de la chatarra de zinc más importantes para el proceso de obtención del zinc a partir del método electrolítico?
- 2)** ¿Cuáles son los efectos de las variables electroquímicas sobre el tamaño de partícula de los polvos de Zinc?
- 3)** ¿Cuáles son las propiedades físicas y químicas del polvo de zinc obtenido?

### **1.3 Objetivos de la investigación**

#### **1.3.1 Objetivos General**

Obtener polvo de zinc metálico de buena calidad mediante el método electrolítico a partir de la chatarra de zinc.

#### **1.3.2 Objetivos Específicos**

- 1) Evaluar las características fisicoquímicas de la chatarra de zinc más importantes para el proceso de obtención del zinc a partir del método electrolítico.
- 2) Determinar los efectos de las variables electroquímicas sobre el tamaño de partícula de los polvos de Zinc.
- 3) Determinar las propiedades físicas y químicas del polvo de zinc obtenido.

### **1.4 Justificación**

Las razones que justifican la presente investigación son las siguientes:

- a) **Teórico.** - Los resultados de la presente investigación permite el aumento del conocimiento teórico mediante la aplicación de conceptos básicos de electroquímica, metalurgia y reciclaje, ello le permitirá al investigador que lea esta tesis contrastar diferentes conceptos de la química en una realidad concreta.
- b) **Tecnológico.**- La presente investigación aporta al desarrollo tecnológico porque brinda una alternativa para recuperar y reutilizar el polvo de zinc metálico obtenido de la chatarra de zinc mediante el proceso de electrólisis y así ayudar al desarrollo de la región la cual no posee mucha investigación, aportando conocimientos sobre la producción de polvos por este método, abriendo camino para trabajos futuros con los cuales se puedan crear componentes útiles para el campo de la industria y la investigación.
- c) **Económico.** - Este trabajo es factible de ser realizado, por el motivo que no representa un gasto exorbitante tanto en su implementación como en su ejecución además que, en la época en que nos encontramos, donde el conocimiento y la información, puede mejorar nuestros ingresos económicos, estamos seguros que serán de mucha importancia y trascendencia.

- d) **Ambiental.**- El presente investigación tiene como finalidad dar a conocer una alternativa para poder reciclar y reutilizar la chatarra de zinc de manera que se pueda disminuir el impacto ambiental en nuestra país.
- e) **Legal.**- La presente investigación cumple con las normas asignadas por la NORMAS IEC 60086 parte 2. De las especificaciones técnicas ANSI C181M 2001

### **1.5 Importancia**

La finalidad de este trabajo de investigación radica en recuperar el polvo de zinc metálico de la chatarra por vía electrolítica porque el zinc como polvo metálico es usado en la fabricación de pilas alcalinas, aleaciones y muchos otros campos, entonces por lo citado anteriormente, los polvos de zinc tienen una significativa importancia en el campo investigativo.

Así que este trabajo se hace con el fin de producir polvos de zinc por vía electrolítica, este método pulvimetalurgico produce polvos de alta pureza, permite controlar los tamaños de partícula, además de otras ventajas. Entre mayor sea la pureza y menor el tamaño de partícula del polvo, mejores serán las propiedades del producto final para aplicar en lo mencionado anteriormente, se investiga estas propiedades con el objetivo de validar las condiciones óptimas de producción del polvo sin contaminantes y un menor tamaño de partícula que estaría dentro del rango de la nanotecnología.

También tiene como objetivo, ayudar al avance de la tecnología en nuestro país la cual no posee mucha investigación, aportando conocimientos sobre la producción de polvos por este método, abriendo camino para trabajos futuros con los cuales se puedan crear componentes útiles para el campo de la industria y la investigación.

## II. MARCO TEORICO

### 2.1 Antecedentes de la investigación

Alvarado E. Et. Al. (2010), en la Facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad de El Salvador – San Salvador, desarrollaron un trabajo titulado **“Propuesta de un método para la recuperación de zinc de pilas alcalinas usadas bajo el enfoque de producción más limpia”** La elevada fracción de zinc en las pilas alcalinas convierte en una fuente atractiva de este metal ya que puede ser recuperado y empleado en una aplicación de galvanoplastia de láminas de acero como tratamiento preventivo de corrosión. El proceso para la recuperación de Zinc lo realizaron en diferentes etapas, la primera etapa de la recuperación fue el desmantelamiento de la batería para la separación del ánodo metálico de la misma y su pretratamiento, que incluyó su secado y molienda hasta llevar a un tamaño de partícula tal que quede retenido en un tamiz malla 100. Luego realizaron la lixiviación del mismo empleando una solución acuosa de Ácido Sulfúrico. Con ensayos preliminares a escala laboratorio realizaron la selección de variables para estructurar un diseño de experimentos deBox – Behnken analizado bajo la metodología de Superficie de Respuesta, con tres factores y como variables de respuesta la concentración de Zinc en solución y el porcentaje de recuperación de Zinc. Para conocer la concentración del Zinc en solución implementaron el método colorimétrico normalizado del Zincon empleando el reactivo Zinco Ver 5 de HACH. De los ensayos experimentales a escala laboratorio determinaron que para los intervalos trabajados el máximo alcanzado en la concentración final de Zinc fue de 6,35 g/L, a un tiempo de 1 hora, una concentración de ácido sulfúrico de 0,81 M y una relación sólido/líquido de 0,0186 (g/ml). También encontraron un máximo en el porcentaje de recuperación de Zinc de 47,19%, un tiempo de 1 hora, una concentración de ácido sulfúrico de 0,77 M y una relación sólido/líquido de 0,0064 (g/ml) Realizaron una metodología para la recuperación de Zinc bajo el enfoque de Producción más Limpia, en la que identificaron y seleccionaron las opciones de PML (Producción más Limpia) tanto técnica como económicamente viables; entre estas

medidas están la reducción de energía eléctrica, implementación de filtros electrostáticos, neutralización de las fuentes de lavado.

Pérez J. (2011), en la Facultad de Ingeniería de la Universidad del Valle – Santiago de Cali, desarrolló un trabajo titulado “**Obtención Polvos de Zinc por Vía Electrolítica**”, Apoyándose en las bases teóricas de Samuel Field et al. Cuya investigación tiene el título “**Recubrimientos electrolíticos técnicas Modernas y análisis de baños**” publicado en el año 1955 en la ciudad de Barcelona. Pérez J. Presenta información actualizada de los procesos electrolíticos para la producción de polvos de Zinc. En la metodología de esta investigación incluye el diseño y selección de materiales para la construcción de la celda electroquímica, el sistema de secado implementado y el estudio de las variables del proceso, que permitan validar las condiciones óptimas de producción de polvos de Zinc, con resultado satisfactorios, para ello se diseñó y construyó un sistema electroquímico de parcelas subdivididas aleatorizado con el propósito de encontrar el mejor tratamiento que permitiera la producción del polvo zinc, a cada uno de los 8 tratamientos se le realizaron 3 réplicas obteniéndose en total 24 muestras de polvo. El diseño de experimentos de parcelas divididas permite realizar una aleatorización con dos baños lo que lo hacía práctico para el análisis de la influencia de las variables, los ocho tratamientos se establecieron con tres variables de entrada y dos niveles para cada una. Pérez J. Estudió el efecto de las variables: concentración de la solución, tiempo de remoción del depósito, temperatura, densidad de corriente, agentes de adición, sobre el tamaño de partícula de los polvos de zinc. Sus hallazgos observados por medio de las pruebas experimentales dieron como resultado polvos de Zinc, mostrando las fases presentes y los elementos que constituyen el zinc, evaluando en esta investigación la finura del polvo a partir del análisis granulométrico. Este ensayo se llevó a cabo por granulometría láser para determinar el tamaño promedio de la partícula y la distribución. Además de esto a los polvos obtenidos se les realizó análisis de Difracción de rayos X (DRX), Microscopia

Electrónica de Barrido (MEB) y análisis con la sonda EDS. Concluyendo que se puede afirmar que los polvos obtenidos son de una alta pureza.

Martínez L. (2012), en la Facultad de Ciencias de la Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga – Colombia, desarrolló una investigación llamado **“Propuesta para la minimización de residuos de aparatos eléctricos y electrónicos (RAEE) mediante el análisis y la selección de un tratamiento para pilas usadas de Zinc- Carbono”** Presentó la temática de algunos residuos electrónicos peligrosos como son las pilas de Zinc – Carbón, vistos como materia prima potencial, generando nuevos desarrollos que pueden resolver problemas actuales de altos costos de materias primas debido a su escasez y ayudar al plan de manejo de residuos peligrosos en varias empresas del país relacionado con las pilas Zinc – Carbono. En este trabajo hizo énfasis en las pilas de Zinc – Carbono, tecnologías aplicables para su tratamiento y la situación actual de ese tipo de residuos. En este trabajo de grado analizo las ventajas y desventajas a nivel ambiental, técnico y económico de los tratamientos hidrometalurgicos para la recuperación de metales. La alternativa seleccionada para el aprovechamiento de los residuos de pilas Zinc – Carbono fue la de hidrometalurgia, la cual presento las mejores opciones ambientales, económicas y técnicas para ser desarrollada.

De la Torre E., Et. Al (2013), en la Escuela Politécnica Nacional del Departamento de Metalurgia Extractiva (DEMEX) Quito - Ecuador, desarrolló una investigación sobre la **“Valorización De Polvos De Acería, Mediante Recuperación De Zinc Por Lixiviación Y Electrólisis”**, para la valorización de polvos de aceríaemplearon industrialmente procesos de fusión reductora con el fin de obtener una escoria rica en hierro, mientras que el zinc y el plomo se volatilizan y recogen como óxidos. El método más utilizado por De la Torre E., Et. Al fue el “Sistema Waelz” que se efectuó en hornos rotativos tubulares, los residuos sólidos se cargaron en el horno conjuntamente con polvo de coque y se desplazaron a través del horno en la dirección opuesta de los gases de combustión. Concluyeron que es factible realizar un proceso de recuperación del mismo y pueden ser por

lixiviación con los ácidos: sulfúrico, clorhídrico, nítrico, acético, y tartárico. La recuperación del zinc por electrólisis y fusión con un rendimiento de corriente del 70% produce zinc metálico con el 99% de pureza.

## **2.2 Bases teóricas**

### **2.2.1 Principio de la electrólisis**

Es la descomposición de sustancias químicas mediante la corriente eléctrica. La denominación, no obstante, se aplica igualmente a ciertos procesos que utilizan la corriente eléctrica para obtener compuestos químicos (Field et al., 1955)

La energía eléctrica se aplica a las soluciones electrolíticas mediante dos electrodos que conducen la electricidad metálicamente. Los cambios químicos originados por la corriente eléctrica tienen lugar dentro de la solución y, precisamente, sobre la superficie sumergida de los electrodos.

Cuando una sustancia de naturaleza electrolítica se disuelve en agua (disolvente general), experimenta un cambio llamado disociación electrolítica, proceso reversible que da lugar a productos de desdoblamiento denominados iones. Estos iones son átomos o radicales con carga eléctrica. Serán estos los encargados del transporte de la carga ya sea positiva o negativa.

El hidrógeno, los metales y los radicales básicos están cargados positivamente, mientras que los radicales ácidos transportan carga negativa. Si un ion posee una carga negativa, significa que ha captado o aceptado un átomo de electricidad negativa o electrón mientras que, si está cargado positivamente, se supone que perdió uno o varios electrones (Field et al., 1955)

### **2.2.2 Ley De Faraday**

Constituye el principio fundamental de la electrólisis. Con la ecuación de esta ley se puede calcular la cantidad de metal que se ha corroído o depositado uniformemente sobre otro, mediante un proceso electroquímico durante cierto tiempo, y se expresa en los siguientes enunciados :

“La cantidad de cualquier elemento (radical o grupo de elementos) liberada ya sea en el cátodo o en el ánodo durante la electrólisis, es proporcional a la cantidad de electricidad que atraviesa la solución” (Díaz del Castillo, 2008)

Donde :

$$W = \frac{I \cdot T \cdot M}{n \cdot F}$$

Donde :

**W** : Cantidad de metal que se ha corroído o depositado [*g*]

**I** : Corriente [*A*]

**T** : Tiempo que dura el proceso [*s*]

**M** : Masa atómica del metal [*g/mol*]

**N** : Valencia del metal

**F** : Constante de Faraday = 96 500 [*A.s/mol*]

“Las cantidades de elementos o radicales diferentes liberados por la misma cantidad de electricidad, son proporcionales a sus pesos equivalentes” (Díaz del Castillo, 2008)

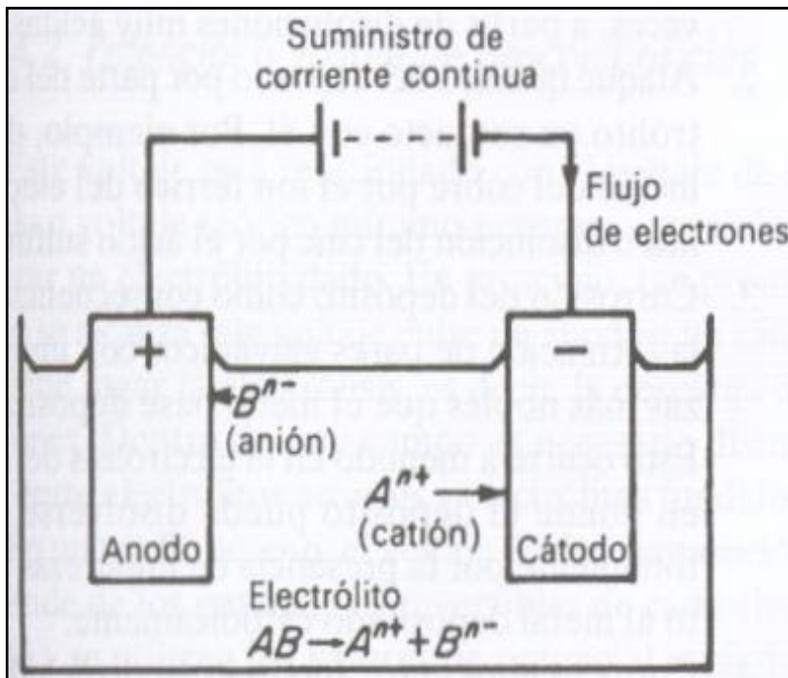


Figura N° 2.1 *Esquema de un reactor electrolítico*  
Moore, 1987

La ley de Ohm establece que para un resistor dado, a determinada temperatura la corriente es directamente proporcional al voltaje aplicado, esta proporcionalidad se establece como :

$$R = \frac{V}{I}$$

Donde :

- V** : Voltaje
- R** : Resistencia
- I** : Corriente

### **Potencial de celda o fem de celda**

La corriente eléctrica fluye espontáneamente del ánodo al cátodo, porque hay una diferencia de potencial eléctrico entre los electrodos. La energía potencial de los electrones es mayor en el ánodo que en el cátodo y por eso los electrones fluyen

espontáneamente del ánodo al cátodo a través de un circuito externo. El flujo de corriente eléctrica es análogo a la caída de H<sub>2</sub>O en una cascada, que ocurre por diferencia de potencial gravitacional. La diferencia de potencial eléctrico, entre el ánodo y el cátodo se mide experimentalmente con un voltímetro, donde la lectura en voltios es el voltaje de la celda (Vera, 2007)

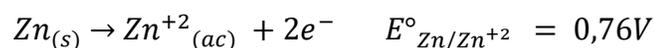
1 voltio (V) es la diferencia de potencial necesaria para impartir 1 J de energía a una carga de 1 coulomb (C)

$$W = 1 \frac{J}{C}$$

La diferencia de potencial entre los dos electrodos de una celda galvánica proporciona la fuerza motriz que empuja los electrones a través del circuito externo. A esta diferencia de potencial llamamos Fuerza Electromotriz (fem o FEM) La fuerza electromotriz de una celda se escribe como  $E_{\text{celda}}$  o  $\Delta E$  y se conoce como potencial de celda o voltaje de celda (porque se mide en voltios) Para comparar los  $\Delta E$  de las pilas se eligen determinadas condiciones conocidas como estándar o normales.

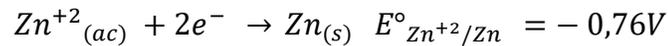
En electroquímica se considera que una pila trabaja en condiciones normales cuando las concentraciones de reactivos y productos en solución es 1 M; cuando intervienen gases, las presiones parciales son 1 atm y la temperatura 25°C o 298 K

En condiciones estándar, la fem se llama fem estándar o potencial estándar de celda y se simboliza  $E^{\circ}$  celda o  $\Delta E^{\circ}$



Como la reacción está escrita como oxidación, este valor se denomina potencial estándar de oxidación.

Si la reacción se invierte, cambia el signo de  $E^{\circ}$  :



Y el potencial se llama potencial estándar de reducción.

Se puede calcular el potencial de cualquier celda  $E^{\circ}$  celda o  $\Delta E^{\circ}$  aplicando la relación :

$$E^{\circ}_{\text{celda}} = \Delta E^{\circ} = E^{\circ}_{\text{cátodo}} - E^{\circ}_{\text{ánodo}}$$

$E^{\circ}$  cátodo : Potencial estándar de reducción de la hemicelda que actúa como cátodo.

$E^{\circ}$  ánodo : Potencial estándar de reducción de la hemicelda que actúa como ánodo.

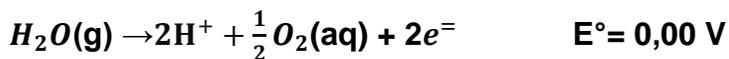
"Los valores,  $E^{\circ}_{\text{cátodo}}$  y  $E^{\circ}_{\text{ánodo}}$ , se sacan de la tabla de potenciales normales de reducción y se debe respetar el signo (+) o (-) de los mismos al aplicar la fórmula." (Vera, 2007)

En cualquier celda galvánica, la reacción catódica es la que está más arriba en la tabla, y la diferencia entre los potenciales, es el potencial de celda. Los  $E^{\circ}_{\text{red}}$  son una medida de la fuerza impulsora para que una reacción de reducción se lleve a cabo. Cuando más positivo sea el valor de  $E^{\circ}_{\text{red}}$ , mayor será la fuerza impulsora para la reducción, lo que significa mayor tendencia del reactivo de la media reacción a reducirse para convertirse en el producto. Por consiguiente será más fácil oxidar a otra especie. Si  $E^{\circ}_{\text{cátodo}}$  es mayor que  $E^{\circ}_{\text{ánodo}}$ , el  $\Delta E^{\circ}$  será positivo y la celda operará espontáneamente (lo que está de acuerdo con la espontaneidad de la reacción que ocurre) (Vera, 2007)

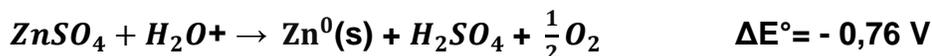
Reacción Catódica : (Precipitación de zinc)



Reacción Anódica : (Descomposición agua)



Reacción de celda : (Expresada en forma iónica)



### 2.2.3 Propiedades generales de los electrolitos

Un electrolito es una sustancia capaz de ser descompuesta por electricidad, definición que se puede aplicar igualmente a sustancias en forma sólida y en solución. Un estudio menos somero sobre esta cuestión, demanda, no obstante, alguna diferenciación entre estas dos formas de una misma sustancia. Un cuerpo sólido puede poseer la propiedad de no ser conductor. Aun utilizando ciertos disolventes, puede continuar ofreciendo resistencia al paso de la corriente. En tal caso, ninguna de las dos formas es susceptible de electrolisis. Empleando otro tipo de disolvente, por ejemplo, agua, la sustancia puede resultar conductora de la electricidad, y, en consecuencia, ser electrolizable. En tal forma es un electrolito, es decir, un medio conductor a través del cual la corriente efectúa cambios químicos según las leyes de Faraday.

Los electrolitos son afectados por ciertas condiciones que afectan o mejoran su funcionamiento entre las cuales se destacan (Del Castillo, 2008) :

**a) Conductividad y resistencia.**- En toda pila industrial (reactor electroquímico) en la que hay electrólisis, es evidente que existen resistencias óhmicas en varias partes del sistema, con la consiguiente pérdida de energía y desprendimiento de calor. En los contactos, uniones y juntas se formarán gotas de contacto cuya importancia depende de la atención que se les dedique y el mantenimiento que se realice. Evidentemente, un electrolito es un conductor, el cual tiene cierta resistencia óhmica. Sin embargo, difiere de los conductores

metálicos en que el paso de la corriente por él determina efectos químicos en los electrodos, que sin los puntos o secciones de contacto del circuito. La conductividad de una solución depende de la naturaleza de sus componentes, del disolvente, de la concentración, de la movilidad iónica y de la temperatura. En las disoluciones que contengan dos o más sales, la conductibilidad de la disolución vendrá afectada por los equilibrios establecidos por los iones y sus concentraciones, su interacción, sus solubilidades y la formación de diferentes sales no disociadas. La conductividad será una suma de las conductibilidades iónicas y sus concentraciones tal y cual como existen en la disolución en el punto de equilibrio (Del Castillo, 2008)

**b) Velocidades iónicas relativas.-** El movimiento constante de los iones hacia sus respectivos electrodos, asociado al transporte de las cargas eléctricas que con llevan, constituye la corriente eléctrica en la solución. Algunos iones se mueven rápidamente. Otros lo hacen con lentitud. El ion hidrógeno se mueve con más rapidez que ningún otro. La velocidad iónica contribuye a la conductividad, pues la corriente electrolítica no es algo fabricado fuera de la solución y luego pasado a través de la misma, si no el movimiento de los propios iones, determinado y mantenido por la atracción de los electrodos cargados eléctricamente. Además, algunas sustancias se ionizan libremente más que otras. La mejor conductividad se consigue con productos que se disocian libremente en iones de movimiento rápido (Del Castillo, 2008)

**c) Preparación del electrolito.-** Es necesario saber con claridad la cantidad de soluto en la solución. Ya que al tener una solución muy concentra se produce una recubrimiento grueso, poroso y de poca adherencia resultando inservible.

El primer paso es tener el reactor electrolítico vacío y limpio, deberá llenarse parcialmente con agua e ir agregando los componentes químicos de acuerdo al orden que se requiere, se recomienda que sean agregados lentamente para evitar la formación de torta en el fondo, difícil de disolver posteriormente;

después de que todas las sales están en solución, la gravedad específica del baño deberá medirse para una revisión del contenido general de sal.

TABLA N° 2. 1  
*PROPIEDADES FÍSICAS DEL SULFATO DE ZINC*

<b>PROPIEDADES FÍSICAS DEL POLVO DE ZINC</b>	
<b>APARIENCIA</b>	Polvo cristalino blanco
<b>OLOR</b>	Inodoro
<b>COLOR</b>	Incoloro
<b>PESO MOLECULAR</b>	161,454 g/mol
<b>SOLUBILIDAD EN AGUA, 20°C</b>	965 g/L (Agua en 20°C)
<b>PUNTO DE FUSIÓN</b>	100°C
<b>PUNTO DE EBULLICIÓN</b>	500°C
<b>DENSIDAD</b>	1.97 g/cm <sup>3</sup>
<b>pH</b>	4-6 (50g/L, H <sub>2</sub> O, 20° C)

<http://www.innova-sulfatos.com.pe/>

#### **2.2.4 Reactor electroquímico**

Un reactor electroquímico está compuesto por un cátodo, ánodo, un electrolito (conductor de iones), un rectificador; encargado de proporcionar la carga eléctrica y un sistema de conexiones eléctricas.

La energía eléctrica se aplica a las soluciones electrolíticas mediante dos electrodos que conducen la electricidad metálicamente, convirtiéndolo en un medio conductor a través del cual la corriente efectúa cambios químicos que tienen lugar dentro de la solución y, precisamente, sobre la superficie sumergida de los electrodos.

La fuerza electromotriz aplicada en los bornes del baño se invierte para vencer la resistencia óhmica de los ánodos, cátodos y sus conexiones, la del circuito externo, las diversas resistencias de contacto, la del propio baño, las caídas de

tensión ocasionadas por las películas adheridas al ánodo y cátodo, y las polarizaciones en estos puntos y en los demás para producir la deposición del metal.

Cuando la solución se coloca en la celda, la corriente es transportada entre los electrodos por los iones. Los iones cargados negativamente, o aniones, son atraídos por el electrodo cargado positivamente y es allí donde tiene lugar la oxidación (Ánodo), mientras que los iones cargados positivamente, o cationes, se dirigen, a través de la solución, hacia el electrodo cargado negativamente y en el cual tiene lugar la reducción (Cátodo)

El movimiento de los iones positivos hacia el electrodo negativo transporta carga positiva en esa dirección, y el movimiento de los aniones transporta carga negativa en la dirección opuesta. La carga es transportada entre la solución y los electrodos por cambios químicos con la transferencia de electrones.

La corriente eléctrica a través de la celda es la cantidad de flujo de carga a través de ella por unidad de tiempo. Esto se determina por el voltaje aplicado a la celda y la conductividad de la solución. La corriente y la conductancia varían directamente con el área de los electrodos e inversamente con la distancia entre ellos (Del Castillo, 2008).

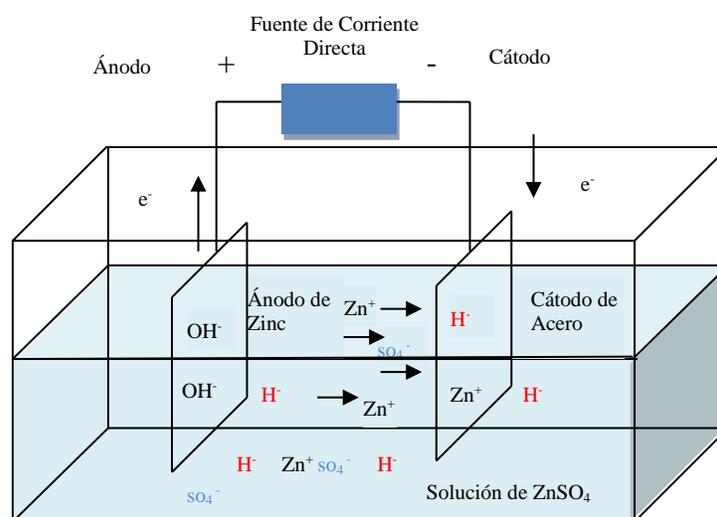


FIGURA N° 2.2 – MOVIMIENTO DE LOS IONES HACIA LOS ELECTRODOS

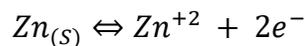
Este reactor electroquímico simple de electrodeposición ilustra las acciones durante el proceso de electrodeposición ver **Figura N° 2.2 (Ver pag. N° 22)**. En el cátodo (Acero, por ejemplo), los iones de zinc disueltos en la solución de sulfato de zinc se combina con dos electrones y forman zinc elemental, el cual se deposita en la superficie del cátodo.

En un reactor electroquímico se presentan diferentes variables en su operación tales como: concentración de la solución, tiempo de remoción del depósito, temperatura, densidad de corriente, agentes de adición; todas estas variables y sus posibles combinaciones afectaran de una u otra forma la calidad del depósito, es por esto que para la producción de polvos de zinc (deposito poroso) se condicionan esta serie de variables para conseguir el producto final con las características deseadas.

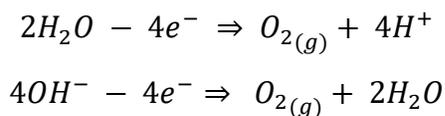
#### **Determinación de reacciones oxidación o reducción**

De manera general varias reacciones de oxidación y de reducción suceden en los electrodos, pero podemos predecir que reacciones están ocurriendo en ellos a partir de las siguientes reglas :

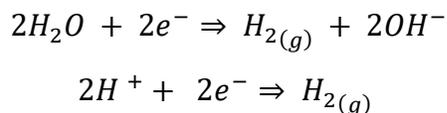
- a)** Cualquier sustancia capaz de ser oxidada puede reaccionar en el ánodo y cualquiera que pueda ser reducida puede reaccionar en el cátodo. Se debe recalcar que la carga no es importante en esta conexión: aniones, cationes y moléculas pueden todas reaccionar en el cátodo y también en el ánodo.
- b)** Para las sustancias oxidables, la que tenga el más bajo potencial de oxidación será oxidada primero en el ánodo; y en el caso de las sustancias reducibles será reducida primero en el cátodo la que tenga el más alto potencial de oxidación.
- c)** Las sustancias que desaparecen en el transcurso de las reacciones Electrolíticas pueden ser iones, moléculas disueltas, o el metal del electrodo como tal, por ejemplo :



De manera general el solvente puede ser oxidado o reducido. El agua o sus iones pueden ser oxidados si el medio es alcalino de acuerdo a las siguientes reacciones :



O reducidos si el medio es ácido de acuerdo a las siguientes reacciones :



- d) Las sustancias formadas pueden pasar a la solución, cambiar a gases o ser depositados. Es en este último caso la sustancia formada es un metal que generalmente se deposita sobre el cátodo.
- e) La concentración de la sustancia que toma parte en la reacción electrolítica en general disminuirá mientras la reacción procede. El potencial de equilibrio del sistema varía, disminuyendo si un agente oxidante desaparece y aumenta si un agente reductor es afectado.
- f) Las sustancias que se forman en el ánodo por oxidación pueden pasar a través de la solución al cátodo y ser reducidas en él, y viceversa. Este fenómeno se puede prevenir al separar el ánodo del cátodo, por ejemplo por un diafragma poroso.

## **2.3 Marco conceptual**

### **2.3.1 Polvos metálicos y su caracterización**

Los polvos metálicos tienen un rol importante en la práctica industrial lo cual ha motivado numerosos trabajos de investigación tendientes a mejorar u optimizar los procesos de producción. Los mayores argumentos para la producción de piezas

estructurales por pulvimetalurgia son: tamaños y formas exactas, peso definido, mecanizado despreciable, alta eficiencia en el uso de materiales y bajo consumo de energía. En el caso de materiales de alta performance, la pulvimetalurgia se hace indispensable cuando se trabaja con metales de elevados puntos de fusión, dificultad para el maquinado o el logro de microestructuras especiales. Así mismo, la pulvimetalurgia constituye un método de producción único para el caso de objetos con una porosidad definida tales como en filtros de ruidos o cojinetes auto lubricantes (Bisang, 2006)

La producción de polvos metálicos se puede realizar mediante cuatro tecnologías :

- a)** Trituración de metales sólidos
- b)** Desintegración mecánica de metales fundidos
- c)** Procedimientos químicos
- d)** Electrodeposición bajo condiciones controladas para obtener directamente un polvo metálico.

Por electrodeposición es posible reducir el ión metálico en el cátodo, bajo condiciones operativas controladas, para generar un depósito pulverulento con propiedades opuestas a las que se persiguen en los procesos de electrodeposición convencionales.

Los polvos producidos en forma electroquímica directa muestran amplia variedad de formas y tamaños y es posible producirlos para todos los metales y muchas aleaciones, normalmente se trabaja en fase acuosa o bien se opera con sales fundidas cuando el potencial para la deposición es muy negativo (Bisang, 2006)

La mayoría del polvo producido por depositación electrolítica para aplicaciones comerciales es del tipo esponjoso. La forma de polvo electrolítico suele ser dendrítica. Aunque el polvo resultante tiene baja densidad aparente, la estructura dendrítica tiende a dar buenas propiedades de moldeo, debido a la intersujeción de las partículas durante el compactado (Díaz, 2009)

Es imprescindible definir las características que se les exigen a los polvos metálicos y los procedimientos establecidos para su evaluación. Entre las propiedades requeridas para caracterizar un polvo metálico pueden citarse : Composición química volumétrica y superficial.

La composición volumétrica es determinada mediante las técnicas analíticas usuales, siendo de especial importancia conocer la composición superficial. Debido al alto valor del área específica es frecuente la adsorción de contaminantes o la formación de compuestos oxidados.

Morfología de los polvos. Habitualmente es documentada mediante microscopía electrónica de barrido pudiéndose apreciar las formas de los materiales obtenidos.

Tamaño promedio de partícula. Puede ser calculada a partir del área específica del polvo determinada por el método BET o por el procedimiento FSSS (Fisher sub – sievesizer) que mide la pérdida de carga de un gas que fluye a través de un lecho del polvo.

Distribución de tamaños de partícula. Existen varios procedimientos recomendados :

- a)** Análisis por tamizado.
- b)** Sedimentación desde una dispersión uniforme del polvo en un medio líquido y midiendo por turbidimetría, en función del tiempo a una dada distancia desde el nivel del líquido, la cantidad de partículas que aún no ha sedimentado; alternativamente la sedimentación puede ser monitoreada por rayos X
- c)** Técnicas de análisis basadas en la difracción de la luz.
- d)** Velocidad de flujo del polvo metálico. Es útil para calcular la velocidad de llenado de los moldes lo que afecta a la productividad del proceso de fabricación de piezas. Se mide determinando el tiempo que tarda en fluir una masa dada de polvo por un orificio calibrado.
- e)** Densidad aparente. Medida como la masa de polvo que llena un contenedor de un volumen definido.

- f) Compresibilidad o compactibilidad. Consiste en determinar la densidad verde, antes del sinterizado, de la probeta eyectada que fue producida a partir del polvo confinado en un molde y sometido a presión( Bisang, 2006)

### **2.3.2 Polvo de Zinc**

Es un componente natural de nuestra corteza terrestre y es parte inherente de nuestro medio ambiente. Está presente, no sólo en las rocas y suelos sino también en el aire, el agua, las plantas, animales y seres humanos (Latiza, 2004)

El zinc puede reciclarse infinitamente sin perder propiedades ni calidad. Aunque el porcentaje de reciclado del zinc depende principalmente de la recolección de los productos que lo contienen, el 90% de los productos recolectados de este tipo se reciclan.

### **2.3.3 Usos y aplicaciones del polvo de Zinc**

Los usos más importantes de este metal son :

- a) En la minería Principalmente en la recuperación de metales preciosos mediante el proceso Merrill Crowe<sup>1</sup> por medio del cual se recupera el oro y la plata, debido a su fina granulometría, (el polvo de zinc) aumenta la cinética de la reacción con el cianuro de sodio dando niveles de recuperación óptimos sin dejar excesivos restos de zinc metálico en los cementos obtenidos, mejorando así el ratio de rendimiento (Zn – Au)
- b) Aplicador en las pinturas anticorrosivas Las pinturas enriquecidas con polvo zinc ofrecen una alta resistencia a los ataques de la corrosión, protegiendo así las estructuras de hierro de la intemperie. Estos recubrimientos pueden ser de tipo orgánico e inorgánico.
- c) Galvanización de acero Presenta las características más importantes pues éste tiene su capacidad para proteger al acero frente a la corrosión. La vida y la resistencia del acero aumentan considerablemente cuando está recubierto de zinc. Ningún otro material puede ofrecer al acero una protección tan eficiente y tan rentable.

---

<sup>1</sup> Proceso de producción del Oro en la mina Yanacocha situado en Cajamarca, Perú.

TABLA N° 2. 2  
PROPIEDADES FISICAS DEL POLVO DE ZINC

PROPIEDADES FISICAS DEL POLVO DE ZINC	
APARIENCIA	Polvo gris azulado
OLOR	Inodoro
PESO ATÓMICO	65,37
SOLUBILIDAD EN AGUA	No soluble, reacción
PUNTO DE FUSIÓN	419°C
PUNTO DE EBULLICIÓN	907°C
GRAVEDAD ESPECÍFICA	7,14
DENSIDAD DE VAPOR	N / A
PRESIÓN DE VAPOR	Prácticamente cero
DENSIDAD APARENTE	22 - 45 gr./pulg <sup>3</sup>
TEMPERATURA DE AUTOIGNICIÓN <sup>2</sup>	460°C

<http://www.innova-sulfatos.com.pe/>

d) Fabricación de piezas de latón, piezas fundidas.



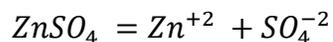
FIGURA N° 2.3 – POLVO DE ZINC

<sup>2</sup> Se denomina temperatura de autoignición a la temperatura mínima, que a presión de una atmósfera, a la que un combustible (sólido, líquido o gas) en contacto con el aire, arde espontáneamente sin necesidad de una fuente de calor exterior.

### 2.3.4 Electrodeposición de polvo de Zinc

Es necesario saber lo que sucede en el baño, a fin de conocer las condiciones en las cuales podremos obtener polvo de zinc en nuestro Cátodo.

En una solución en donde esta sustancia esté parcialmente disociada en iones, el proceso de disociación sucede según la reacción :



Estos iones están cargados eléctricamente. Tan pronto se aplica a la solución que los contiene emigran a sus respectivos electrodos; por tanto, los iones metálicos se dirigirán al cátodo. Una vez allí, adquieren electrones suficientes para neutralizar sus cargas y convertirse en los átomos que se van depositando en el cátodo como zinc metálico. En el ánodo no se descargan los iones  $SO_4^{-2}$ . en el ánodo de zinc, se presenta la reacción de oxidación y pasa el zinc del ánodo a la solución en forma iónica que ha de constituir en compañía de los iones de  $SO_4^{-2}$  el nuevo sulfato de zinc, el cual repone al que se descompone para dar el zinc metálico electrolítico depositado (Coeuret, 1992)

Aspectos relevantes en la electrodeposición de polvos metálicos

- a) **Concentración de iones del metal.**- La concentración de iones del metal, en un electrolito queda afectada por la concentración de las sales, por su grado de ionización, temperatura, por la presencia o ausencia de iones. Las concentraciones muy bajas suministran depósitos pulverulentos, incluso con pequeños valores de densidad de corriente (Pérez, 2011)
- b) **Densidad de corriente.**- La densidad de corriente es uno de los factores más condicionantes para la obtención de polvos metálicos; en términos de finura y capacidad de producción, densidades de corrientes altas favorecen la formación de productos pulverulentos, pero tienen muy poco efecto sobre la eficiencia de corriente (Pérez, 2011)

- c) **Temperatura.**- El aumento de la temperatura generalmente causa un gran aumento en la velocidad de las reacciones, como resultado de un incremento en la fracción de partículas que son activadas produciendo un incremento en la frecuencia de colisión de las partículas que reaccionan. Aumentar la temperatura hace que mejore la conductividad del electrolito, las velocidades de difusión, la disolución química del ánodo, la redisolución del cátodo, la eficiencia de corriente, y reduce el voltaje de la misma (Field et al., 1955)

#### 2.4 Definición de términos

- a) **Conductor Eléctrico.**- Materiales que puestos en contacto con un cuerpo cargado de electricidad transmite ésta a todos los puntos de su superficie. Los mejores conductores eléctricos son los metales, especialmente la plata, pero es muy cara. Por ello se emplea el cobre en su lugar y el aluminio, material muy ligero, lo que favorece su empleo en las redes de alta tensión.
- b) **Electrodo.**- Componente de un circuito eléctrico que conecta el cableado convencional del circuito a un medio conductor como un electrolito o un gas. El electrodo de carga positiva se denomina ánodo y el de carga negativa cátodo.
- c) **Intensidad Eléctrica.**- Es el flujo de carga eléctrica por unidad de tiempo que recorre un material, Se debe al movimiento de las cargas (normalmente electrones) en el interior del material. En el Sistema Internacional de Unidades se expresa en C/s (culombios sobre segundo), unidad que se denomina amperio (A)
- d) **Coulomb (C).**- Unidad derivada definida como la cantidad de carga desplazada por una corriente de un amperio en un período de tiempo de un segundo.
- e) **Hidrometalurgia.**- Extracción de metales a través de solventes, ejemplos de procesos hidrometalurgicos son la lixiviación, la precipitación, la reducción electrolítica, el intercambio iónico, la separación por membranas y la extracción con disolventes. La primera etapa de los procesos hidrometalurgicos es la lixiviación de los metales útiles a partir de materiales menos valiosos.

### III. VARIABLES E HIPÓTESIS

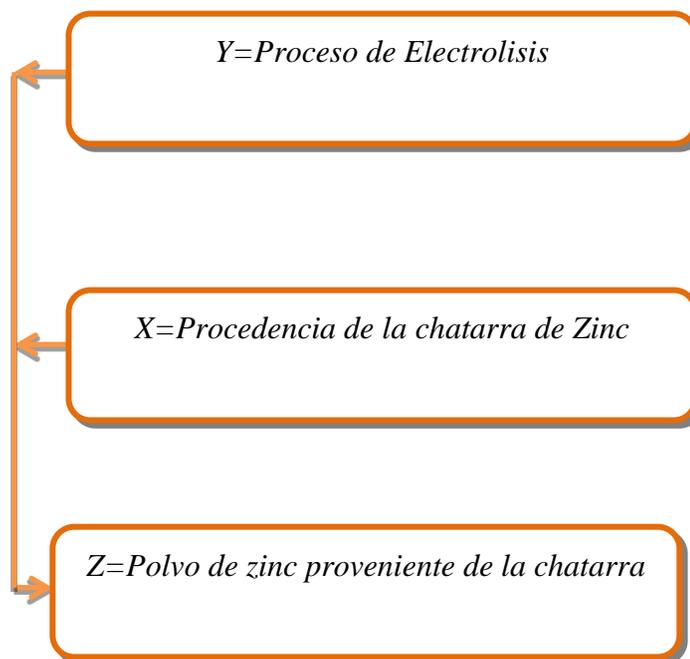
#### 3.1 Variables de la Investigación

La presente investigación se caracteriza por ser longitudinal estudiando la variable a lo largo del tiempo establecido, por ser éste el determinante en la relación causa efecto.

Por su naturaleza, todas las variables identificadas son del tipo cualitativas. Por su dependencia Y es dependiente, y las variables X, Z son independientes.

Es decir :

$$Y = f (X, Z)$$



FÍGURA N° 3. 1 - RELACIÓN DE LAS VARIABLES DE LA INVESTIGACIÓN

VARIABLES DEPENDIENTES :

**Y** : Polvo de zinc proveniente de la chatarra

VARIABLES INDEPENDIENTES :

**X** : Proceso de Electrolisis

**Z** : Procedencia de la chatarra de zinc

### 3.2 Operacionalización de variables

En la **Tabla Nº 3.1** observamos la operacionalización de variables.

TABLA Nº 3. 1  
*OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES*

<b>VARIABLE DEPENDIENTE</b>	<b>DIMENSIONES</b>	<b>INDICADORES</b>	<b>METODO</b>
Y = Polvo de zinc proveniente de la chatarra	peso Volumen	Concentración de zinc obtenido	Procedimiento experimental
<b>VARIABLE INDEPENDIENTE</b>	<b>DIMENSIONES</b>	<b>INDICADORES</b>	<b>MÉTODO</b>
X = Proceso de Electrolisis	Eficiencia	Intensidad de corriente Amperaje utilizada en nuestro reactor electrolítico	Procedimiento experimental.
Z = Procedencia de la chatarra de zinc	cantidad estado	Pureza del polvo de zinc en la chatarra	Revisión Bibliográfica

### **3.3 Hipótesis general e hipótesis específicas**

#### **3.3.1 Hipótesis general**

El proceso para la obtención de polvo de zinc de buena calidad a partir de la chatarra de zinc es mediante el método electrolítico

#### **3.3.2 Hipótesis específicas**

- 1)** Una de las características que tiene la chatarra de zinc es que son reciclables sin perder sus propiedades fisicoquímicas.
- 2)** Los efectos de las variables tiene un efecto relevante sobre el tamaño de la partícula del polvo de Zinc.
- 3)** El polvo de zinc obtenido por el método de electrolisis contiene una alta calidad para ser aplicada en las diferentes industrias.

## IV. METODOLOGÍA

### 4.1 Preparación de la Materia Prima

Seleccionamos la materia prima recolectada de los diferentes modelos de pilas.

### 4.2 Equipos y Reactivos

En la **Lista N° 4.1** se presenta una lista de los principales equipos y reactivos empleados en el desarrollo del presente trabajo de investigación.

LISTA N° 4. 1

*EQUIPO UTILIZADO Y SUS ESPECIFICACIONES*

Nº	NOMBRE DEL EQUIPO	ESPECIFICACION
1	Reactor Electrolytico	Polipropileno
2	Rectificador de Corriente	0 – 15 amperios
3	Ácido Sulfúrico Concentrado	98,9%
4	Varillas de Cobre	L= 31,4 cm
5	Electrodos de Zinc	L= 100 mm; e= 4,0 mm; A= 50,0 mm
6	Alambre de Cobre	10 AWG Centelsa
7	Balanza de Precisión	Lectura: 0.01g
8	Erlenmeyer	250 ml
9	Estufa	O.R.L Max: 200°C
10	Embudos	Vidrio
11	Termómetros	Max. 150°C
12	Papel Filtro	Filter Lab, $\Phi$ = 150 mm
13	Agua Destilada	1 ppm
14	Electrodos De Acero	L= 70 mm; e= 1,5 mm; A= 50,0 mm

En la **Lista N° 4.2 (Ver pag N° 34)** se enumera una lista de quipos de protección y herramientas usadas para el desmantelamiento de las pilas alcalinas usadas.

LISTA N° 4. 2

*EQUIPO DE PROTECCIÓN PERSONAL Y HERRAMIENTAS PARA EL DESMANTELAMIENTO DE LA PILA*

---

<b>N°</b>	<b>EQUIPO Y HERRAMIENTAS</b>
1	Lentes de protección
2	Sierra de corte
3	Prensa
4	Guantes de látex

---

### **4.3 Dimensionamiento del reactor electrolítico**

Nuestro reactor electrolítico no debe reaccionar con el electrolito y debe ser capaz de soportar las condiciones de trabajo. Usaremos polietileno y polipropileno que vienen a ser los que más se usan, por su considerable pasividad, que los hace resistente al ataque de los ácidos, además, de resistir temperaturas de hasta 90°C, propiedad muy estimable, aunque pocas veces un baño exige tan alta temperatura.

La capacidad del Reactor Electrolítico es un factor a tener en cuenta. De aquí que lo más importante es el volumen de la solución. Teniendo en cuenta la necesidad de elaborar un tanque que permitiera el desarrollo de las pruebas, se hizo el montaje del Reactor Electrolítico en un tanque de polipropileno, con las siguientes dimensiones : 27 cm de largo, 6 cm de ancho y 13 cm de alto.



FIGURA N° 4.1 – REACTOR ELECTROLÍTICO

#### 4.4 Rectificador

La obtención de polvos de zinc tiene el mismo principio que el proceso de refinación electrolítica del zinc, no obstante, en la obtención de polvos de zinc se modificó la densidad de corriente para obtener un depósito poroso, con poca adherencia, el rango apropiado está entre  $0,05 - 0,35 \text{ A/cm}^2$  referencia.

Para obtener polvos metálicos de zinc, se consideró las densidades de corriente altas, esto permitió controlar el amperaje aplicado al reactor electrolítico (Pérez, 2011)

#### 4.5 Cátodos

Como cátodos se usaron placas de acero, el acero incrementa la rigidez del cátodo, su estabilidad y tenacidad. Se usó el acero en el depósito electrolítico del zinc, manganeso y otros metales utilizando electrolitos de sulfato, las soluciones para trabajar con cátodos de acero deben estar libres de iones, como cloratos y nitratos, porque estos pueden formar con el acero sales solubles.



FIGURA N° 4.2 – RECTIFICADOR

Se utilizaron pacas de acero de 50 mm de ancho por 70 mm de largo con espesor de  $1/16''$ , a las cuales se les realizó una perforación de  $1/8''$  a 5 mm del centro del borde superior, de este orificio se sujeta el cable de cobre que es de un  $1/16''$  con el cual se cuelgan los electrodos al porta electrodos como se observa en la **Figura N° 4.4 (Ver pag N° 38)**

#### **4.6 Ánodos**

La acumulación de impurezas en la solución altera la calidad del depósito. Para asegurar la pureza de los polvos de cinc, se usaron ánodos cinc electrolíticamente refinado. Se han realizado numerosos intentos para utilizar ánodos de menor pureza, con resultados menos productivos.



FIGURA N° 4.3 – CÁTODO DE ACERO



FIGURA N° 4.4 – ÁNODO DE ZINC

Las dimensiones del ánodo fueron: de 50 mm de ancho por 100 mm de largo, con un espesor de 4 mm, a estas se le hizo una perforación de 3/16" a 5 mm de del centro del borde superior, permitiendo sujetar el cable de 1/16" que cuelga del porta electrodo; la profundidad de inmersión de los ánodos fue la misma utilizada para el cátodo de acero, es decir 5 cm

#### **4.7 Agitación**

Cuando la electrólisis se efectúa en una solución que no esté en movimiento, se presentan velocidades desiguales de traslación, ocasionando en las proximidades de los ánodos cambios de concentración. Este fenómeno eleva el valor de la tensión que se requiere el elemento y puede tener como consecuencia la obtención de productos impuros en los electrodos y pérdidas energéticas elevadas. Mediante la circulación continua del electrolito por medio de la agitación mecánica, se reducen al máximo dichos cambios (Pérez, 2011)

En esta investigación el baño se agitó magnéticamente, con este propósito se utilizó un agitador magnético, la cual mantiene velocidades iguales de traslación en la solución electrolítica, se situó entre los electrodos, la potencia aplicada por el dispositivo de agitación se determina de forma experimental, permitiendo que esta agite el baño pero que no tenga la fuerza para desprender el material depositado sobre el cátodo y genere salpicaduras que provoquen la pérdida del electrolito; la agitación aplicada debe ser capaz de evitar la polarización y homogenizar la temperatura del baño (Pérez, 2011)

#### **4.8 Elementos Complementarios**

Como porta-cátodos se utilizaron 2 varillas de cobre de  $\frac{1}{4}$ " y 1 mm de espesor de pared, separadas entre sí 50 mm, para conducir la corriente desde el rectificador hacia los electrodos, se utilizaron cables de cobre de calibre 10 AWG Centelsa que soportan una corriente máxima de 37 A y una temperatura máxima de 60°C



FIGURA N° 4.5 – AGITADOR MAGNÉTICO

Para corroborar el pH, se midió con el papel indicador, lo que nos permitió monitoreo permanente del pH a medida que se realizaba la electrodeposición.

#### **4.9 Primera etapa de la investigación**

En esta primera etapa obtuvimos el sulfato de zinc utilizada en la preparación de solución electrolítica para la realización de nuestras corridas experimentales, a partir de la chatarra de zinc (pilas alcalinas)

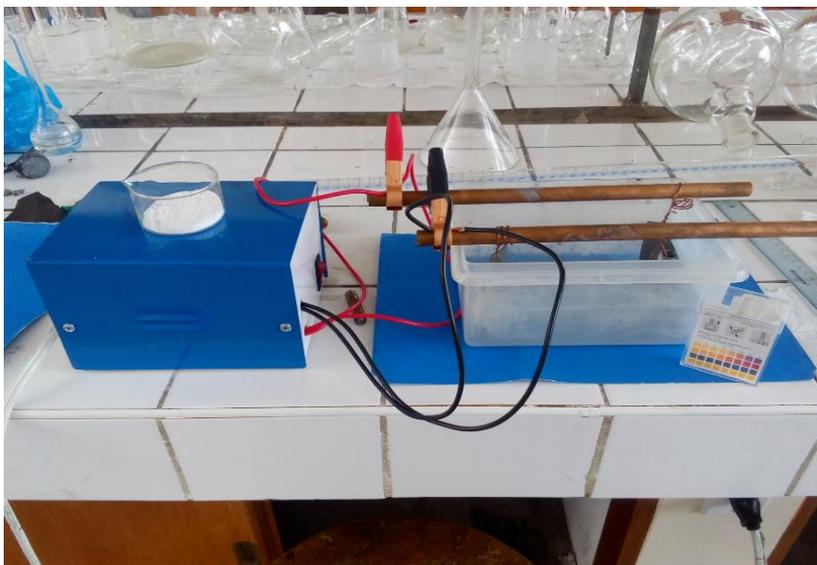


FIGURA N° 4.6 – SISTEMA ELECTROLÍTICO

#### **4.9.1 Preparación de la Materia Prima**

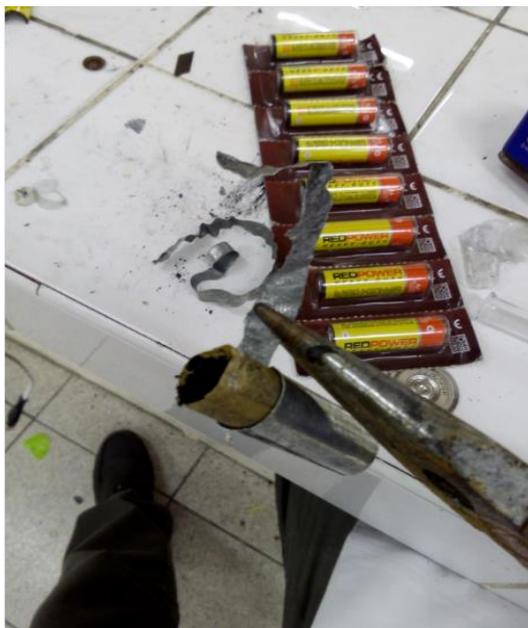
Se recogió los residuos de zinc producido por los trozos del metal mencionado y también del zinc contenido en las pilas de tipo seca común (pila salina), cuya función del zinc es de contenedor y terminal o polo negativo (ánodo). El tamaño es un parámetro que debe ser común para ambas muestras, sin embargo; debido a las limitaciones instrumentarías no se pudo reducir al tamaño deseado a la muestra de zinc contenida en pilas.

#### **4.9.2 Pre – Tratamiento de la muestra**

Se identificó las características de cada una de las muestras (color, tamaño de muestra) El zinc obtenido de las pilas, previamente cortadas son lavadas en ácido sulfúrico diluido cuya concentración es de 0,2%, para eliminar los residuos de manganeso presentes en la superficie, el cual es un interferente en nuestro sistema. Para el lavado de la muestra se puede utilizar cualquier otro ácido, pero debido a la finalidad del presente trabajo, resulta más conveniente trabajar con ácido sulfúrico para no contaminar nuestra muestra con otros elementos interferentes.

**Pasos :**

Se retiró con un alicate la carcasa de la pila y una envoltura de plástico azul y se obtuvo la lámina de zinc que está cubierta con dióxido de manganeso



Al zinc obtenido de las pilas procedimos a cortarlos en pequeños trozos para que se haga más fácil la reacción con el Ácido Sulfúrico.

FIGURA N° 4.7 – LÁMINA DE ZINC

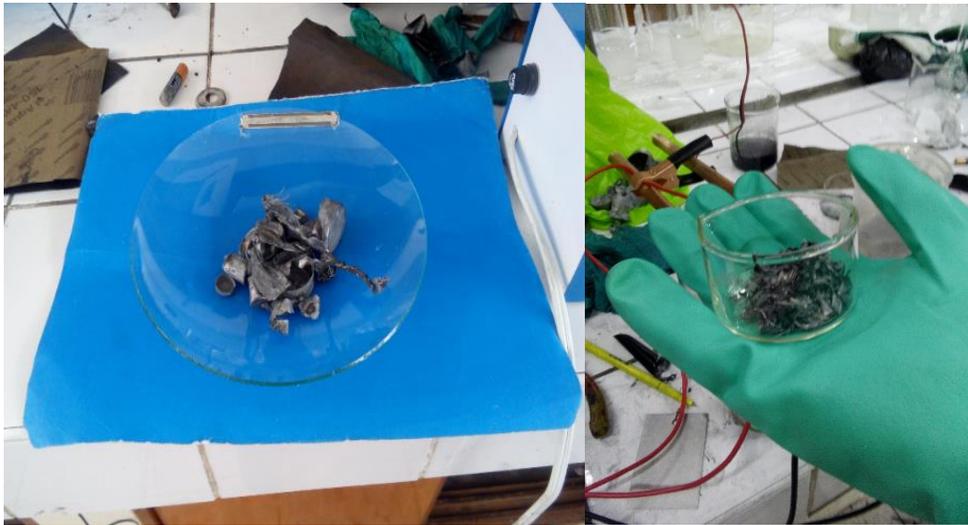


FIGURA N° 4.8 – TROZOS DE LAMINA DE ZINC

**Pasos :**

Luego de obtener las láminas de zinc se procedió a lavar las láminas con ácido sulfúrico al 2% para retirar las impurezas del dióxido de manganeso.



Después del lavado de las láminas, se secó y se redujo a trozos más pequeños mecánicamente.

FIGURA N° 4.9 – LÁMINAS DE ZINC EN  $H_2SO_4$

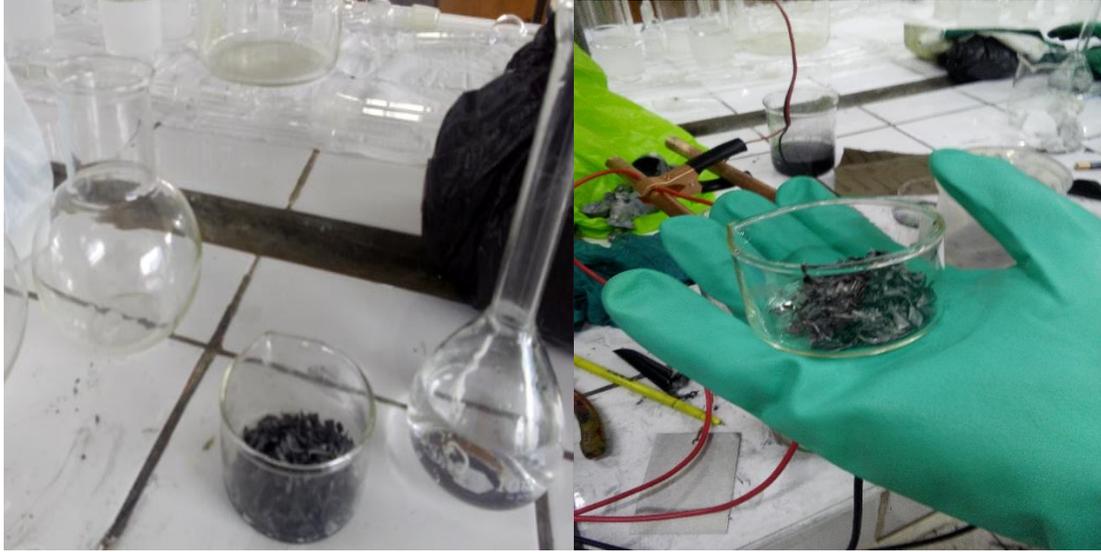


FIGURA N° 4.10 – **TRAZAS DE ZINC**

#### **4.9.3 Ataque químico con ácido sulfúrico al 12,5%**

Se pesó la muestra, para 8 g se añadió 80 ml de ácido sulfúrico, previamente preparado, al 12,5% con la finalidad de disolver el zinc. Si se desea atacar una mayor cantidad de muestra, se utiliza como referencia los 8 g de muestra con 80 ml de ácido iniciales y con una regla de tres se calcula el volumen de ácido necesario. Para acelerar el proceso y la velocidad de reacción hicimos uso de una plancha eléctrica para elevar la temperatura a 100°C aproximadamente y además de una campana extractora para los gases producidos (tóxicos). Esperamos hasta que el zinc se disuelva completamente para posteriormente filtrar la solución, el tiempo dependerá del tamaño de las partículas, en el caso del zinc proveniente de las pilas el tiempo para disolver el zinc tardó mucho más, que para los trozos.

#### **Pasos :**

Se pesó 8 g de chatarra de zinc de la pila.



FIGURA N° 4.11 – PREPARACION DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> AL 12,5%

Con una probeta graduada se tomó 40 ml de ácido sulfúrico al 12,5% y 40 ml de agua destilada.



Se dejó que reaccionen los 8 g de chatarra de zinc con el ácido sulfúrico en un vaso de precipitado de 600 ml en una parrilla eléctrica dentro de la campana de extracción.



FIGURA N° 4.12 – SOLUCION DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> AL 12,5% Y CHATARRA DE ZINC



FIGURA N° 4.13 – CONDICIONAMIENTO DEL PRE FILTRADO

Luego se filtró la disolución.



FIGURA N° 4.14 – FILTRADO DE LA SOLUCIÓN

#### 4.9.4 Obtención de sulfato de zinc

La solución obtenida fue calentada hasta ebullición para la evaporación del agua y el ácido sulfúrico y así obtener los cristales de sulfato de zinc (sal de color blanca), listo para el proceso de electrólisis.

Después del filtrado, las disoluciones obtenidas de los trozos de zinc son calentadas hasta evaporarse y así se obtuvo los cristales de sulfato de zinc (sal de color blanca) listo para el proceso de electrólisis.



FIGURA N° 4.15 – CALENTAMIENTO DE LA SOLUCIÓN



FIGURA N° 4.16 – OBTENCIÓN DE SULFATO DE ZINC

#### **4.10 Segunda etapa de la investigación**

Una vez obtenido el sulfato de zinc en la etapa anterior, se prepara la solución electrolítica y ponemos en marcha nuestro reactor electrolítico para la obtención final del polvo de zinc.

##### **4.10.1 Acondicionamiento del sistema electrolítico**

Lo primero a tener en cuenta es que el material para fabricar el reactor electrolítico no debe reaccionar con el electrolito y debe ser capaz de soportar las condiciones de trabajo, los materiales más comunes se encuentran: madera forradas con plomo, hierro, hierro forjado, piedra, pizarras cementadas en forma de losetas, cauchos y plásticos.

En este trabajo se empleó un recipiente de plástico porque es resistente al ataque de ácidos y muestra pasividad para las condiciones de trabajo.

Con respecto al volumen de solución empleado, se ocupó cierto volumen del reactor electrolítico. Las dimensiones del reactor electrolítico son de 27 cm de largo, 6 cm de ancho y 13 cm de alto.

En la obtención de polvos de zinc se emplea una fuente de energía que trabaja en los rangos de (0 a 12) V, con estas características se acondicionó la densidad de corriente necesaria para obtener un depósito poroso, con poca adherencia, el rango apropiado está entre 0,05 – 0,35 A/cm<sup>2</sup>. Para obtener los polvos metálicos se requiere de altas densidades de corriente, esto permite controlar el amperaje aplicado.

Los electrodos para la electrodeposición de polvos de zinc deben ser inertes, por lo cual se emplearon electrodos de acero de 70 mm \* 50 mm con 1,5 mm de espesor, estos resistirán las condiciones de trabajo, sobretodo la acidez notada al final de cada electrodeposición debido a la producción de ácido sulfúrico.

Se pesó 30 g del sulfato de zinc obtenido de los trozos de zinc y se disuelve en un volumen de solución de 80ml siendo el pH inicial de la solución 5

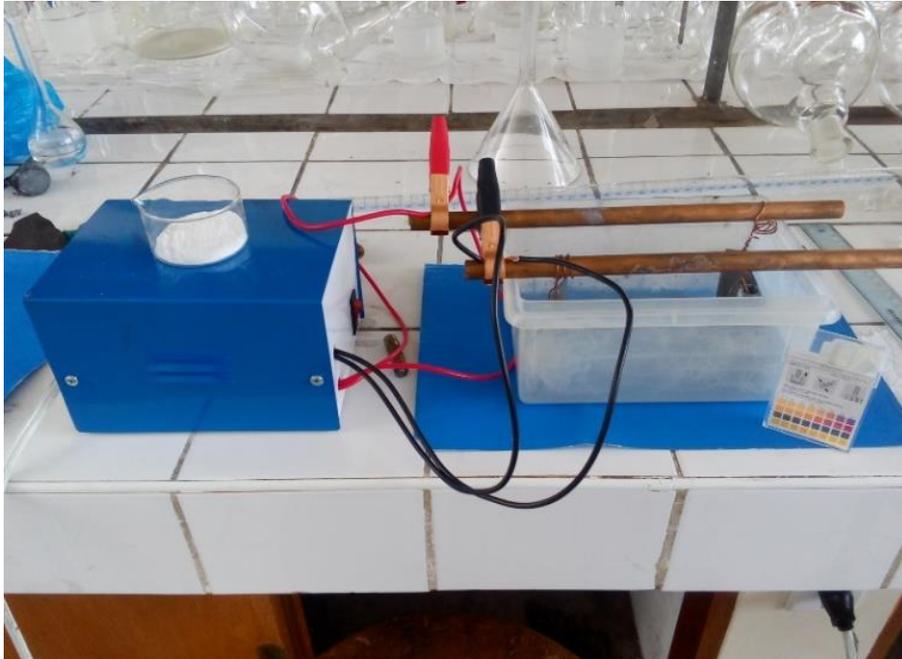


FIGURA N° 4.17 – DISOLUCIÓN DEL SULFATO DE ZINC

Como porta electrodos se emplean dos varillas de cobre de 31,4 cm de largo y de diámetro de 0,9 cm separadas entre sí 5 cm, para la conducción de corriente de las varillas a los electrodos se utilizaron cables de cobre. Estos materiales de cobre fueron lijados y sumergidos en agua a 40°C previamente a su instalación para hacer que fluya bien la corriente y evitar interferencias.

#### **4.10.2 Puesta en marcha-electrodeposición de polvos de zinc**

Con el reactor electrolítico listo, conectamos los cables de cobre en el rectificador mediante cocodrilos. Una vez encendido el reactor electrolítico se buscó el amperaje deseado para que se lleve a cabo la electrodeposición.

Un factor importante es la agitación, porque cuando la electrodeposición se efectúa en una solución que no esté en movimiento, se presentan velocidades desiguales de traslación, ocasionando en las proximidades de los ánodos cambios de concentración. Este fenómeno eleva el valor de la tensión que se requiere el elemento y puede tener como consecuencia la obtención de productos impuros en los electrodos y pérdidas energéticas elevadas. Mediante la circulación continua del electrolito por medio de la agitación magnética, se redujeron al máximo dichos cambios.

Se realizó los ajustes generales en el reactor electrolítico para cada tratamiento y réplica, tales como limpieza de los electrodos de acero con lija para eliminar residuos de óxido de zinc y residuos de corridas anteriores y posteriormente se enjuagó con agua destilada, la limpieza de los porta electrodos y contactos eléctricos con papel lija para eliminar suciedades y sulfatados que generan contactos deficientes, ajuste del sistema generador de agitación y ajuste del nivel de inmersión de los electrodos, todo con el propósito de garantizar que todos los ensayos se realicen en igualdad de condiciones de trabajo y minimizar fuentes de error.

Una vez que transcurrió la reacción electroquímica se depositaron los polvos. Durante el proceso en el ánodo se produjo disolución anódica casi sin desprendimiento de oxígeno y al mismo tiempo en el cátodo se presentó reducción de los iones  $Zn^{+2}$  a zinc metálico.

Se realizaron los ajustes generales en el reactor electrolítico tales como: limpieza de los electrodos inertes de acero inoxidable, limpieza de los porta electrodos y las varillas de cobre con lija y luego lo lavamos con agua caliente a 45°C para eliminar suciedades.

Durante el proceso en el ánodo casi no hubo desprendimiento de oxígeno, en el cátodo presentó reducción de iones con una elevada producción de hidrogeno.



La transformación del ion  $Zn^{+2}$  en zinc metálico se dio en la solución mientras el rectificador siguió encendido durante 10 a 20 minutos. Se retiró el cátodo.

FIGURA N° 4.18 – DESPRENDIMIENTO DE HIDROGENO EN EL CÁTODO

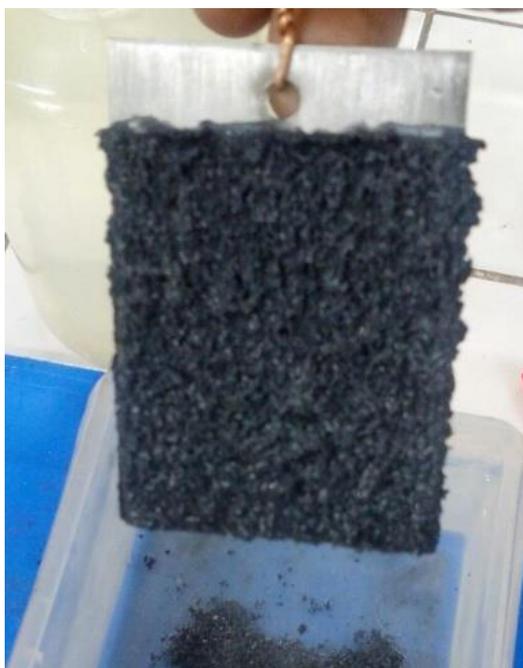


FIGURA N° 4.19 – ZINC METÁLICO

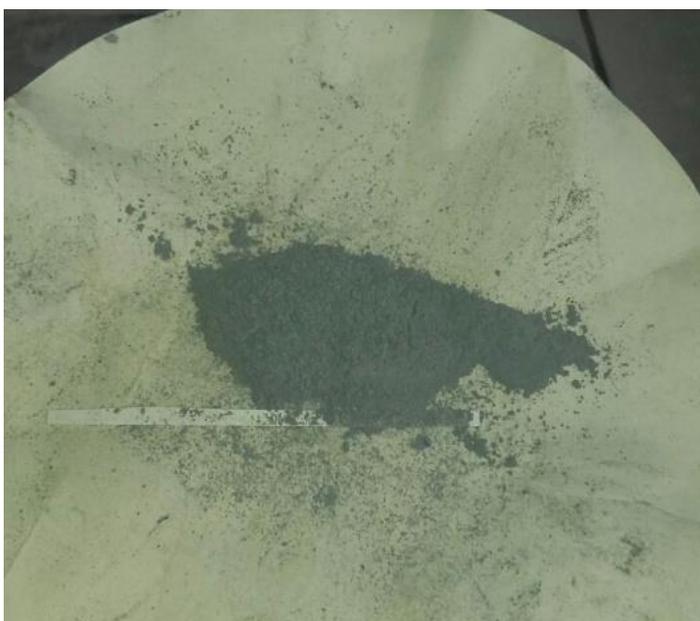
#### **4.10.3 Lavado y secado de los polvos de zinc**

Después de apagar el rectificador de poder se procedió inmediatamente con el lavado del depósito de los polvos; este procedimiento se realizó con chorro de agua destilada aplicado sobre todo el depósito; colocamos el cátodo sobre una luna de reloj y retiramos los polvos con la ayuda de una piceta y una bagueta. Posteriormente los polvos se colocan en un recipiente cerrado con el fin de evitar su oxidación.

Para su secado se llevó la luna de reloj con los polvos a una estufa a una temperatura de 90°C por aproximadamente 3 horas.

Luego, los polvos de zinc estuvieron listos para ser almacenados y analizados.

Posteriormente los polvos se colocaron en un recipiente cerrado con el fin de evitar su oxidación.



Para su secado se llevó la luna de reloj con los polvos a una estufa a una temperatura de 85°C por aproximadamente 3 horas.

Se procedió inmediatamente con el lavado del depósito de los polvos; este procedimiento se realizó con chorro de agua destilada aplicado sobre todo el depósito; colocamos el cátodo sobre una luna de reloj y retiramos los polvos con la ayuda de una piceta y una

FIGURA N° 4.20 – POLVO DE ZINC HÚMEDO



FIGURA N° 4.21 – LAVADO DEL POLVO DE ZINC



FIGURA N° 4.22 - POLVO DE ZINC

También se procedió con el análisis del polvo de zinc en el laboratorio J. RAMON DEL PERU S.A.C, para conocer el % de pureza de la muestra obtenida.

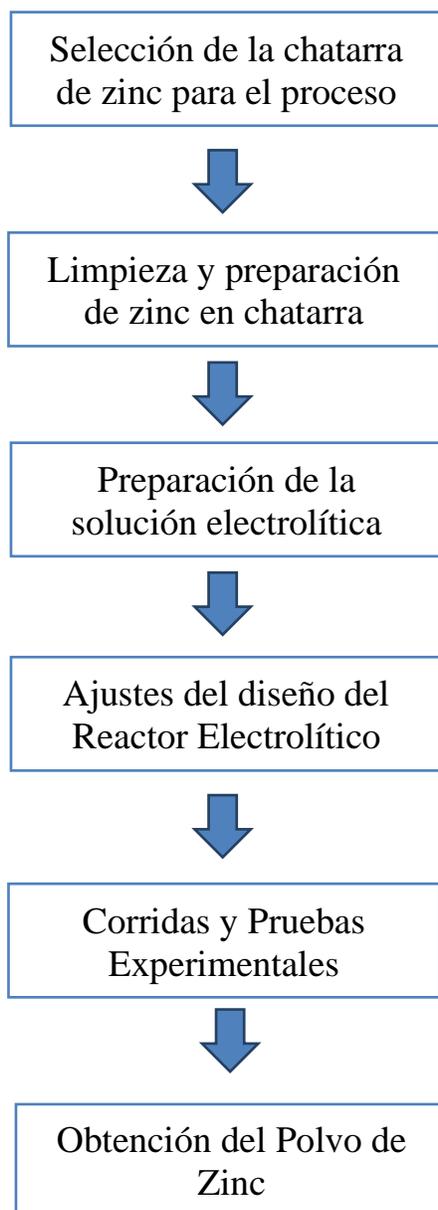


FIGURA N° 4.23 – DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO

## V. RESULTADOS

Materia prima 3,150 Kg de chatarra de zinc (pilas alcalinas), como resultado de nuestros ensayos experimentales realizados en el laboratorio se obtuvo 850 gramos de sulfato de zinc como materia prima para la siguiente que es la obtención de polvos de zinc, además se considera como vector de respuestas el peso de polvo de zinc obtenido y porcentaje de recuperación.

En consideración de obtener resultados óptimos para la obtención del polvo de zinc, se considera todas las variables necesarias tales como pH, temperatura, tiempo, concentración de la solución electrolítica, distancia de electrodos, Intensidad de corriente, del cual en la experiencia práctica se consideraron :

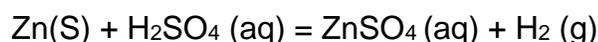
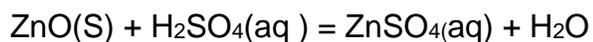
- a) Concentración de solución electrolítica
- b) Tiempo de reacción
- c) Polvo de Zinc Obtenido

Se tomaron estas variables permitiendo identificar estas que son significativas en la obtención de los Polvos de Zinc, las demás variables se mantienen constantes considerando las más óptimas.

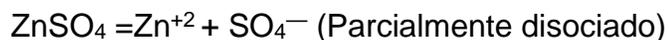
### 5.1 Balance de materia

Durante el proceso electroquímico se presentan las siguientes reacciones :

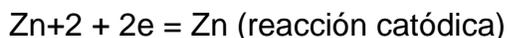
- a) **Primera Etapa.**- Obtención de  $ZnSO_4$  de la Solución Electrolítica



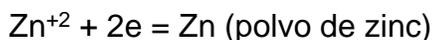
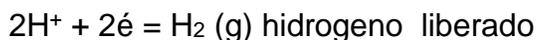
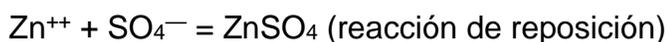
- b) **Segunda Etapa.**- Obtención del polvo de zinc



Una vez se aplica la densidad de corriente respectiva (0,25 – 0,30 A/cm<sup>2</sup>), los iones de Zn<sup>2+</sup> se reducen en el cátodo y forman Zn :



Simultáneamente los iones SO<sub>4</sub><sup>-</sup>, se dirigen hacia el ánodo y con los iones de Zn<sup>2+</sup> producto de la disolución anódica, reponen y mantienen constante la concentración de ZnSO<sub>4</sub>, por medio de las siguientes reacciones :



Ambas reacciones suceden pero sus iones se mueven a diferentes velocidades este hecho produce el agotamiento del cátodo en iones del metal, por este motivo se usa el sistema de agitación y calentamiento para mantener los valores apropiados de desplazamiento que permitan la deposición metálica.

## 5.2 Cálculos experimentales teóricos

Según la ecuación estequiometría de las Ecuaciones mencionadas anteriormente :

- a) cálculo del Zn metálico teórico.**- Por cada mol de ácido sulfúrico se obtiene un mol de zinc

$$30 \text{ g Zn} \times \frac{1 \text{ mol Zn}}{1 \text{ mol ZnSO}_4} \times \frac{1 \text{ mol ZnSO}_4}{159 \text{ g ZnSO}_4} \times \frac{65,38 \text{ g de Zn}}{1 \text{ mol Zn}} = 12,3 \text{ g Zn}$$

- b) cálculo del H<sub>2</sub> gaseoso liberado en la reacción teórico.**- Por cada mol de hidrogeno liberado

$$12,3 \text{ g Zn} \times \frac{1 \text{ mol Zn}}{65,38 \text{ g de Zn}} \times \frac{2 \text{ mol H}_2}{1 \text{ mol Zn}} \times \frac{2,016 \text{ g de H}_2}{1 \text{ mol H}_2} = 0,75 \text{ g H}_2$$

**c) Determinación de la Intensidad de corriente a utilizar en nuestro sistema electroquímico.-** Densidad de corriente : 0,3 A/cm<sup>2</sup>

Ancho (5 cm) x Altura (5 cm) x 2 (dos caras) = 50 cm<sup>2</sup>

Área total del cátodo = 50 cm<sup>2</sup>

$$\rho A = \frac{A}{\text{cm}^2} = 0,30 \text{ A/cm}^2$$

Cálculo de cantidad de amperios a usar :

$$\mathbf{A} : \text{cm}^2 \times \rho A = 50 \text{ cm}^2 \times 0,30 \text{ A/cm}^2$$

$$\mathbf{A} : 15 \text{ Amperios}$$

TABLA N° 5. 1  
CUADRO DE VARIABLES

N° Exp	W g	C Mol/L	t min	H cm	pH	T °C	I Amp./cm <sup>2</sup>
1	30	0,19	10	4	5	30	0,25
2	30	0,19	15	4	5	30	0,25
3	30	0,19	20	4	5	30	0,25
4	40	0,25	10	5	5,5	35	0,3
5	40	0,25	15	5	5,5	35	0,3
6	40	0,25	20	5	5,5	35	0,3
7	50	0,51	10	6	6	40	0,35
8	50	0,51	15	6	6	40	0,35
9	50	0,51	20	6	6	40	0,35

Donde :

**W** : Peso del sulfato de zinc

**C** : Concentración mol/litro

**t** : Tiempo (minutos)

**H** : Distancia de electrodos (cm)

**pH** : potencial de Hidrogeno

- T** : Temperatura (°C)  
**I** : Intensidad de corriente aplicada

En las Experiencias de Laboratorio se pudo observar que los valores de las variables seleccionadas son las óptimas condiciones por lo expuestos se mantendrá constantes a esos valores.

En la **Tabla 5.2** se detalla los resultados del polvo de Zinc obtenido así como el porcentaje de eficiencia en cada corrida experimental :

TABLA N° 5.2  
 CUADRO DE RESULTADOS

N° EXP	C (gr/L)	T(min)	VECTOR DE RESPUESTA		
			NIVELES	Polvo de zinc Obtenido (g)	Eficiencia n%
1	30	10	30gr/L, 0,3 A/cm <sup>2</sup> ,10min	6,32	51,38
2	30	15	30gr/L, 0,3 A/cm <sup>2</sup> ,15min	6,85	55,69
3	30	20	30gr/L, 0,3 A/cm <sup>2</sup> ,15min	7,05	57,31
4	40	10	40gr/L, 0,3 A/cm <sup>2</sup> ,20min	6,35	50,81
5	40	15	40gr/L, 0,3 A/cm <sup>2</sup> ,15min	7,60	66,26
6	40	20	40gr/L, 0,3 A/cm <sup>2</sup> ,15min	8,80	60,56
7	50	10	50gr/L, 0,3 A/cm <sup>2</sup> ,15min	6,41	48,37
8	50	15	50gr/L, 0,3 A/cm <sup>2</sup> ,15min	7,74	51,62
9	50	20	50gr/L, 0,3 A/cm <sup>2</sup> ,15min	8,23	64,22

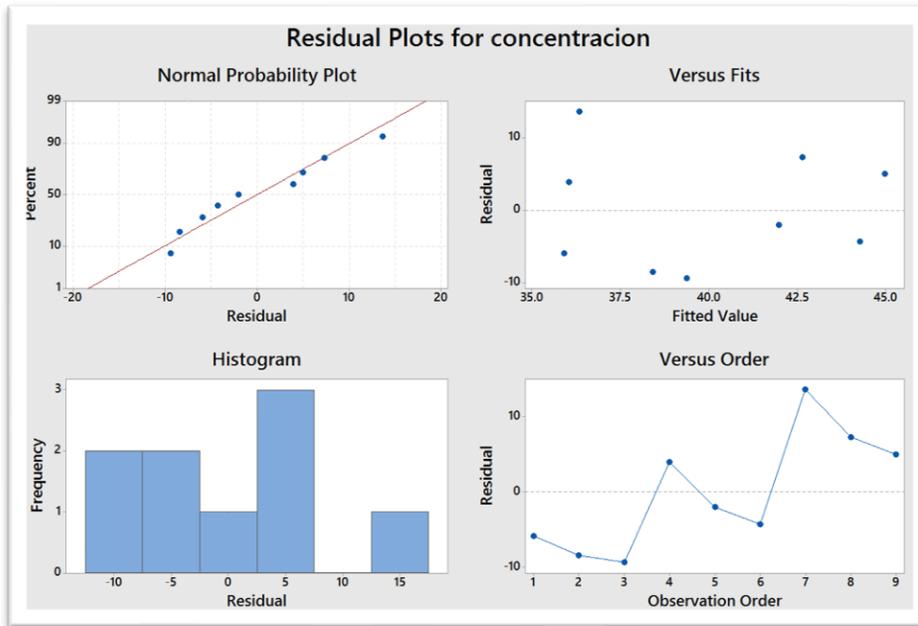
En la presente tabla del vector de respuesta podemos observar que en la experiencia N° 6 obtenemos mejores resultados según las corridas en laboratorio, al igual que en la experiencia N| 9, a diferencia que se trabajó con una densidad de concentración menor que además se podría ahorrar 10 g por cada experiencia de laboratorio minimizando costos cuando se realice a gran escala.

#### 5.4 Resultado en la tabla ANOVA por MINITAB

Podemos apreciar la siguiente tabla donde lo hacemos correr en cualquier paquete estadístico ya sea en el Excel, en nuestro caso lo haremos por el Minitab, donde se ingresa los valores de las variables independientes: Densidad, Tiempo y como variable dependiente peso del polvo de zinc obtenido, para verificar si las variables independientes tienen significancia, si no tuviera entonces no sirve.

TABLA N° 5.3  
*RESULTADOS OBTENIDOS EXPERIMENTALES DE LABORATORIO*

↓	C1	C2	C3	C4	C5
	Con (gr/L)	Tiempo (min)	WZinc Obt (gr)	Eficiencia %	I (A/cm2)
1	30	10	6.32	51.38	0.3
2	30	15	6.85	55.69	0.3
3	30	20	7.05	57.31	0.3
4	40	10	6.25	50.81	0.3
5	40	15	8.15	66.26	0.3
6	40	20	7.45	60.56	0.3
7	50	10	5.95	48.37	0.3
8	50	15	6.35	51.63	0.3
9	50	20	7.90	64.22	0.3



FÍGURA N° 5.1 – COMPORTAMIENTO ESTADISTICOS

TABLA N° 5.4  
REGRESION MULTIPLE

**Regression Analysis: WZinc Obtenido (gr) versus Concentracion (gr/L), Tiempo (min)**

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	2	2.50913	1.25457	3.21	0.012
Concentracion (gr/L)	1	0.00007	0.00007	5.50	0.090
Tiempo (min)	1	2.50907	2.50907	6.43	0.044
Error	6	2.34156	0.39026		
Total	8	4.85069			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0.624707	51.73%	35.64%	14.53%

Coefficients

Term	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant	4.99	1.29	3.86	0.008	
Concentracion (gr/L)	-0.1203	0.0255	-0.01	0.090	4.00
Tiempo (min)	0.1293	0.0510	2.54	0.044	3.00

Regression Equation

$$\text{WZinc Obtenido (gr)} = 4.99 - 0.1203 \text{ Concentracion (gr/L)} + 0.1293 \text{ Tiempo (min)}$$

Durbin-Watson Statistic

Durbin-Watson Statistic = 2.03384

### **5.5. Interpretación de los resultados en el paquete estadístico**

Ahora hay que validar si el Modelo de Regresión Múltiple calculado si tiene grado de significancia o Valor Estadístico aprobado o no.

Considerando :

**Ho** : Concentración = Tiempo = 0 (hipótesis nula)

**H1** : Concentración  $\neq$  Tiempo  $\neq$  0 no son cero Para  $\alpha = 0,05$

Como podemos verificar  $P < \alpha$ , entonces nos indica al menos una de las variables no es cero por lo tanto se rechaza la hipótesis Nula y al menos una variable tiene significancia en la experiencia de laboratorio, en este caso ambas variables C, t, aportan significativamente, esto quiere decir que hay Evidencia de que al menos una variable independiente afecta Y

### **5.6 Propiedades físicas y químicas del polvo de zinc obtenido**

Una de las características que determinó en cierta forma las propiedades de los polvos metálicos es el tamaño de partícula, que disminuye si la densidad de corriente es mayor, cuando se aumenta la Intensidad de corriente, se produce un incremento de la tasa de nucleación y en la tasa de evolución del hidrogeno, esto genera depósitos más dispersos con menores tamaños de partículas.

Se mandaron a realizar el porcentaje de pureza del Polvo de Zinc obtenido en un Laboratorio Acreditado.

### **5.7 Efectos de las variables electroquímicas sobre el tamaño de partícula de los polvos de Zinc**

Con una baja concentración de ion metálico se favorece el proceso de reducción de hidrogeniones para la producción de hidrógeno gaseoso, esto se debe a que disminuye la competencia por la reacción de reducción entre los cationes presentes. El desprendimiento de hidrogeno es el causante de la formación pulverulenta de zinc.

TABLA 5.5  
*PROPIEDADES DEL ZINC OBTENIDO*

---

Granulometría	38 $\mu\text{m}$
Concentración	94,46% (pureza)
Punto fusión	420°C
Densidad	7,1 $\text{g}/\text{cm}^3$ a 25°C
Punto Ebullición	910°C
Estructura cristalina	Hexagonal
Masa Atómica	65,4
Estado de oxidación	2
Calor latente de fusión	1 770 cal/mol a 420°C
Calor latente de vaporización	27 400 cal/mol a 900°C

---

Elaboración propia, 2017

## **VI. DISCUSION DE RESULTADOS**

### **6.1 Contrastación de hipótesis con los resultados**

Según la Hipótesis planteada las características que tienen la chatarra de zinc obtenidas de las pilas como materia prima para la obtención de polvos se recupera en un 66% cantidad considerando teniendo en cuenta la calidad del polvo de Zinc obtenido.

El diseño del sistema electroquímico para obtener polvo de zinc a partir de la chatarra es adecuado debido a que si desearíamos a escala mayor solo aumentaríamos el área de electrodeposición en el electrodo.

El mejor método utilizado para la obtención de Polvos de Zinc es el Electrolytico según los resultados obtenidos damos a entender que la cantidad de polvo obtenido es de buena calidad no alterando sus propiedades fisicoquímicas.

Los efectos de las variables electroquímicas son relevantes debido que a una concentración electrolítica adecuada tenemos mayor cantidad de polvo de zinc, también es necesario tener en cuenta la intensidad de corriente adecuada para mejores resultados, un sobrecalentamiento de temperatura ayudaría a la formación de otras reacciones secundarias como el óxido de Zinc.

### **6.2 Contrastación de resultados con otros estudios similares**

Según las referencias bibliográficas encontradas existen diferencias entre los resultados obtenidos en la fase de obtención del Zinc sólido- líquido y los reportados en otras investigaciones relacionadas.

En la **Tabla 5.21 (Ver pag. Nº 69)** se observa cómo se obtiene concentraciones de Zinc en el intervalo reportado y como difieren los porcentajes de recuperación.

Tablas 5.21  
*CONTRASTACION DE RESULTADOS*

<b>AUTOR</b>	<b>Porcentaje de Recuperación de Zinc</b>	<b>Relación sólido/líquido (g/ml)</b>
<b>Vatistas N.</b>	67%	0,02500
<b>Oswaldo Alvarado</b>	47%	0,00635
<b>Unac</b>	66%	0,03000

## VII. CONCLUSIONES

- 1) El proceso de electrolisis propuesto es una técnica de reciclaje prometedora, porque se obtuvo una alta calidad de polvos de zinc electrolíticos.
- 2) El análisis estadístico aplicado al diseño de experimentos, demostró que las tres variables estudiadas tienen un efecto relevante sobre la cantidad del polvo de zinc obtenido.
- 3) Las características que tienen la chatarra de zinc que se obtuvo de las pilas de zinc es que bajan el grado de descarga considerablemente y eso hace que el ánodo este húmedo por lo que dificulta el desmantelamiento de la pila.
- 4) Se observó que por medio del análisis realizado al polvo de zinc obtenido se obtuvo una alta calidad de pureza de 94,46% de Zn.

## VIII. RECOMENDACIONES

- 1) Se recomienda el proceso de electrolisis para obtener polvo de zinc metálico a partir de la chatarra de zinc pues es una alternativa atractiva porque en este proceso se obtiene polvos de gran pureza, además que resulta rentable.
- 2) Recomendamos limpiar bien la chatarra de zinc a utilizar para que no sea complicado la obtención del sulfato de zinc para la solución electrolítica.
- 3) Para obtener polvo de zinc, recomendamos determinar las variables más influyentes dentro del proceso y sus intervalos de variación.
- 4) Se recomienda promover el tratamiento y la reutilización de la chatarra de zinc en el Perú.

## IX. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- Alvarado E., González K., Mendoza O. (2010). *Propuesta de un método para la recuperación de zinc de pilas alcalinas usadas bajo el enfoque de producción más limpia*, Tesis de Pregrado, Facultad de Ingeniería y Arquitectura, Universidad de El Salvador, San Salvador, El Salvador.
- Bisang J. (2006). *Producción Electroquímica de Polvos Metálicos*. Programa de electroquímica aplicada e ingeniería electroquímica, Facultad de ingeniería química, Santa Fe, Argentina.
- Cortez K. (2014). *Diseño de un módulo de Electrodeposición metálica por medios Electrolíticos*. Tesis de pregrado, Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, Ciudad de Guatemala, Guatemala.
- Coereut F. (1992) *Introducción a la ingeniería electroquímica*. Editorial Reverté S.A. España.
- De la Torre E., Guevara A., Espinoza C. (2013), *Valorización De Polvos De Acería, Mediante Recuperación De Zinc Por Lixiviación Y Electrólisis*. Tesis Pregrado, Escuela Politécnica Nacional del Departamento de Metalurgia Extractiva (DEMEX), Quito, Ecuador.
- Díaz del Castillo F. (2008). *Principios de electrodeposición*, Lecturas de Ingeniería 7, Laboratorio de Tecnología de Materiales, Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, México.
- Díaz S. (2009). *Diferentes aspectos de la metalurgia de los polvos*, Revista digital para profesionales de la enseñanza, España.
- Field et al. (1955). *Recubrimientos electrolíticos técnicas Modernas y análisis de baños*. Editorial Gustavo Gili, S.A, Barcelona, España.
- Latiza (2004). *Asociación Latinoamericana de Zinc*. Bogotá. Colombia.
- Lovera, D. (1984). *Optimización y estrategia computacional de los parámetros gravitantes en la electrodeposición del zinc*. Tesis pregrado, Facultad de

Química e Ingeniería Química, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, Perú.

Mahmud, Z., Míngolo N., Gordillo G. (2010). *Efecto de la Textura de Electrodepósitos de zinc en acero sobre su resistencia a la corrosión*. Avances en Ciencias e Ingeniería, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad de Buenos Aires, Buenos Aires, Argentina.

Martínez E. (2012). *El zinc como protector industrial de la corrosión*. Informativo N° 92, Asociación de Industrias de acabados de superficies (AIAS), España.

Martínez L. (2012), en la Facultad de Ciencias de la Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga – Colombia, desarrolló una investigación llamado “Propuesta para la minimización de residuos de aparatos eléctricos y electrónicos (RAEE) mediante el análisis y la selección de un tratamiento para pilas usadas de Zinc- Carbono”

Norma Técnica (NTE) (1984). *Recubrimientos electrolíticos de zinc sobre acero. Requisitos*. Ecuatoriana Instituto Ecuatoriano de Normalización (INEN 0671)

Pérez J. (2011). *Obtención Polvos de Zinc por Vía Electrolítica*. Tesis de pregrado, Facultad de Ingeniería, Universidad del Valle, Santiago de Cali, Colombia.

Vera M. (2007). *Electroquímica*. Unidad X, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales y Agrimensura Universidad Nacional del Nordeste, Argentina.

# **ANEXO**

ANEXO Nº 1

**MATRIZ DE CONSISTENCIA**

<b>“OBTENCIÓN DEL POLVO DE ZINC METÁLICO POR EL MÉTODO ELECTROLÍTICO A PARTIR DE LA CHATARRA DE ZINC”</b>				
<b>PROBLEMA GENERAL</b>	<b>OBJETIVO GENERAL</b>	<b>HIPÓTESIS GENERAL</b>	<b>VARIABLE DEPENDIENTE</b>	<b>INDICADORES</b>
¿Cómo se podrá obtener el polvo de zinc de buena calidad a partir de la chatarra de zinc por el método electrolítico?	Obtener polvo de zinc metálico de buena calidad mediante el método electrolítico a partir de la chatarra de zinc.	“El proceso para la obtención de polvo de zinc de buena calidad a partir de la chatarra de zinc es mediante el método electrolítico”	Y= Polvo de zinc proveniente de la chatarra	Y1= Concentración de zinc obtenido
<b>PROBLEMAS ESPECIFICOS</b>	<b>OBJETIVOS ESPECÍFICOS</b>	<b>HIPÓTESIS ESPECIFICA</b>	<b>VARIABLES INDEPENDIENTES</b>	<b>INDICADORES</b>
<p>-¿Cuáles serán las características físico-químicas de la chatarra de zinc más importantes para el proceso de obtención del zinc a partir del método electrolítico?</p> <p>-¿Qué características debe tener el sistema electroquímico para la obtención de polvos de zinc a partir de la chatarra?</p> <p>-¿Cuáles son los efectos de las variables electroquímicas sobre el tamaño de partícula de los polvos de Zinc?</p> <p>-¿Cuáles son las propiedades físicas y químicas del polvo de zinc obtenido?</p>	<p>-Evaluar las características físico-químicas de la chatarra de zinc más importantes para el proceso de obtención del zinc a partir del método electrolítico.</p> <p>-Diseñar y construir un sistema electroquímico para la obtención de polvos de zinc a partir de la chatarra.</p> <p>- Determinar los efectos de las variables electroquímicas sobre el tamaño de partícula de los polvos de Zinc.</p> <p>-Determinar las propiedades físicas y químicas del polvo de zinc obtenido.</p>	<p>-La característica que tiene la chatarra de zinc son reciclables sin perder sus propiedades físico-químicas.</p> <p>- El diseño del sistema electroquímico para obtener polvo de zinc a partir de la chatarra es rentable.</p> <p>-Los polvos de zinc obtenidos por el método de electrolisis contienen una alta calidad para ser aplicada en las diferentes industrias</p> <p>-Tienen efectos relevantes sobre el tamaño de la partícula del polvo de Zinc.</p>	<p>X= Proceso de Electrolisis</p> <p>Z = Procedencia de la chatarra de zinc</p>	<p>X1= Intensidad de corriente.</p> <p>Z1= Amperaje utilizada en nuestro reactor electrolítico</p> <p>Z2= Pureza del polvo de zinc en la chatarra</p>

## ANEXO N° 2

### RESULTADOS DE LABORATORIO

Parque Industrial Los Eucaliptos.  
Av. Los Eucaliptos 371. Lt.38/39 Sta.Genoveva, Lurín.  
Central : +51 1 513 3399  
E-mail: jramon@jramoncorp.com



#### INFORME DE ENSAYO N° MI17020216

Fecha : 08 de Marzo del 2017      Producto: Zn Metalico  
Tipo: Lote

Señores : **CHIRRE MENDOZA LUIS CHRISTIAN**

Ref. : 01 Muestra de Zinc Metalico - Polvo.

Carta : Solicitud de Servicio de fecha 21/02/2017.  
Recepción de muestras el 22/02/2017.

Cod. Lab.	Cod. Cliente	Zn %
Muestra N°		
1702035	Zn Metálico	94.46

Ing. Quím. JAIME RAMON V.  
Reg. CIP. 5953  
J. RAMON DEL PERU S.A.C.

#### USO DEL INFORME

- 1.- El presente informe solo es válido para el lote de muestras de la referencia.
- 2.- El lote de muestras de calidad que incluye el presente informe y/o muestras dirimientes en el caso que sean solicitado por el cliente o entidad licitante será descartado a los 180 días calendario a partir de la emisión del presente informe. Las muestras gruesas serán descartadas a los 90 días calendario a partir de la fecha de emisión del presente informe. Cuando la perecibilidad de la muestra exija un periodo menor, el periodo de custodia será definido por los requisitos del método empleado.
- 3.- El presente informe de ensayo es un documento oficial de interés público, su adulteración o uso indebido constituye delito contra la fe pública y es regulada de acuerdo a las leyes vigentes tanto en materia civil como penal. Está prohibida la reproducción parcial o total del presente informe, salvo autorización escrita de J. Ramón del Perú S.A.C.

Más de 45 años al servicio de la Minería y el Medio Ambiente. Visítenos en : [www.jramoncorp.com](http://www.jramoncorp.com)



08/03/2017  
04:12 p.m.