

# Principios básicos de la metodología experimental y de la técnica de análisis empleadas en la ejecución de los estudios sobre cobre

El informe que sigue es un extracto de las memorias de trabajo que verifican la ejecución de la Meta 5 del Subproyecto No. 2 del Proyecto Especial de Desarrollo Tecnológico en el Sector del Cobre (Programa de Colombia), desarrollada en el CENTRO DE INVESTIGACION DEL COBRE de la Facultad Nal. de Minas de la Universidad Nacional de Colombia Seccional Medellín, bajo el auspicio del PROYECTO ESPECIAL DE TECNOLOGIAS METALURGICAS DE LA OEA (Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico) y COLCIENCIAS.

Por

Antonio Salinas<sup>1</sup>

## GENERALIDADES

La técnica del diseño experimental es una herramienta básica en el campo de Metalurgia Extractiva, en lo referente a planificación de experiencias dentro de una investigación.

Procesos como flotación, tostación, lixiviación, purificación, electroobtención, requieren un sinnúmero de pruebas para cada problema específico que se estudie. El diseño experimental permite obtener el máximo de información con un número mínimo de experiencias, analizando el efecto de cada variable o de la interrelación entre ellas mediante técnicas estadísticas como el análisis de variancias.

Es común usar como técnica de investigación, cuando se estudia la influencia de dos o más variables independientes, estudiar primero la influencia de una, manteniendo constantes las otras para luego fijar ésta en un buen valor y hacer variar otra y así sucesivamente. Este método implica un gran número de experiencias y adolece del defecto de considerar que las variables son independientes entre sí, lo que normalmente no es cierto.

Existen muchos diseños experimentales que proporcionan maneras de enfocar, interpretar, resolver y analizar el grupo de pruebas realizadas para el proceso estudiado; se pueden mencionar los diseños factoriales, cuadrado latino, aleatorios, en bloques, etc.

Se pueden distinguir 3 etapas generales en la planificación racional de experimentos<sup>1</sup>:

### Pruebas de Reproducibilidad

Como el análisis estadístico de la influencia de las variables se hace comparando las variancias de éstas con la variancia del error experimental, la reproducibilidad al repe-

tir las pruebas debe ser tal que su error experimental sea mínimo, ya que de otra manera, al hacer el análisis de variancias, no se lograría detectar el nivel de significación de las variables.

### Diseño Experimental Preliminar

Se realiza cuando existe información previa respecto a la influencia real que puede tener sobre una o más respuestas, un gran número de variables independientes, acerca de las cuales se sospecha su posible participación en el proceso. Esta etapa selecciona las variables más importantes con pocas experiencias, sacrificando parte de la información, antes de hacer el estudio completo. La técnica empleada se denomina diseño factorial fraccionado<sup>2</sup>; en particular, en el CENTRO DEL COBRE se ha utilizado una modificación de éstos hecha por Plackett y Burman<sup>3</sup>. Esta técnica es útil además cuando el número de variables por estudiar es muy grande.

El diseño factorial fraccionado confunde en un mismo resultado el valor del efecto de una variable con el valor del efecto de una interacción de alto orden; como esta última no es significativa, podemos considerar que tenemos directamente el valor del efecto.

### Diseños Detallados

Esta etapa se emplea cuando se conocen las variables más importantes que actúan sobre el proceso, bien sea porque se definiéron antes por un diseño factorial fraccionado o se hallaron de la revisión de artículos especializados, y se desea cuantificar la influencia de las variables y sus interacciones.

## DISEÑO CENTRAL COMPUESTO ROTACIONAL

Si se desea cuantificar el efecto de las variables y sus interrelaciones para un proceso dado, se puede hacer la suposición de que la respuesta que se quiere evaluar es una función de las variables más importantes que afectan el proceso y con base en ellas se plantea un modelo matemático.

1 Ing. de Minas y Metalurgia, Inv. Asociado al CENTRO DEL COBRE, Fac. Nal. de Minas.

El modelo matemático<sup>4</sup> que relaciona la respuesta buscada y las variables estudiadas es del tipo

$$\hat{Y} = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i X_i + \sum_{i=1}^k b_{ii} X_i^2 + \sum_{\substack{i,j \\ i < j}} b_{ij} X_i X_j \quad (1)$$

Donde  $\hat{Y}$  : es una estimación de la respuesta buscada

$b_0, b_i, b_{ij}, b_{ii}$ : coeficiente del modelo  $i, j = 1, \dots, k$

$X_i, X_j$  : Valor de las variables codificadas

$k$  : Número de variables independientes

Para estimar los coeficientes del modelo se utilizan diseños centrales compuestos rotacionales que se construyen a partir de tres componentes:

- Un bloque factorial de  $2^k$  puntos donde cada variable toma dos valores codificados  $-1$  y  $+1$ .
- Un conjunto de puntos adicionales cuyo número es  $2^k$  donde cada variable toma los valores codificados  $-2^{k/4}$  y  $+2^{k/4}$ , la figura formada por estos puntos se llama estrella.
- Un punto central cuyo valor codificado es cero, este punto se repite las veces que sea necesario para la estimación del error experimental.

Para explicar el concepto de rotabilidad, supóngase que el punto  $(0, 0, \dots, 0)$  representa el centro de la región en la cual la relación entre la respuesta buscada  $Y$  y las variables independientes  $X_i$  que está siendo investigada, está dada por la ecuación (1) que representa una superficie de segundo orden.

De los resultados de cualquier experimento se puede calcular  $S(\hat{Y})$  del error estándar de  $\hat{Y}$  en cualquier punto de superficie ajustada. Este error estándar será una función de las coordenadas del punto  $X_i$ . En un diseño rotacional este error estándar es el mismo para todos los puntos que están a la misma distancia  $\rho$  del centro de la región; ésto para todos los puntos tales que:

$$X_1^2 + X_2^2 + \dots + X_k^2 = \rho = \text{constante} \quad (2)$$

Así para un diseño en tres variables se tiene que cada variable asume los siguientes valores codificados.

$$-1, +1, 0, -2^{3/4}, +2^{3/4} \approx -1, +1, 0, -1,682, +1,682$$

La ecuación es del tipo

$$\hat{Y} = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + b_{11} X_1^2 + b_{22} X_2^2 + b_{33} X_3^2 + b_{12} X_1 X_2 + b_{13} X_1 X_3 + b_{23} X_2 X_3 \quad (3)$$

DYNA No. 101

La codificación de las variables se hace de la siguiente manera

$$X_i = \frac{V_i - a}{b}$$

Donde  $V_i$  = nivel de la variable real escogida

$a$  = valor de la variable en el punto central

$b$  = valor del intervalo escogido que indica la amplitud del rango experimental

Podemos decir que los valores  $-1$  y  $+1$  corresponden a los niveles inferior y superior de un rango de experimentación encontrado bien sea por investigación de referencias especializadas en el proceso estudiado o por experiencia propia.

Los puntos de la estrella  $-2^{k/4}$  y  $+2^{k/4}$  son puntos por fuera del rango y se incluyen con propósitos exploratorios.

El punto central con valor cero representa un nivel en el proceso con el que se supone se obtienen buenos resultados.

Una explicación de la aplicabilidad de la ecuación(4) es la siguiente: supóngase que por consulta de referencias un proceso cualquiera depende principalmente de 3 variables, una de las cuales es el pH en un rango de 10 a 11; se tiene que:

- $a - 1$  corresponde el valor 10
- $a + 1$  corresponde el valor 11

El valor cero se encuentra por:  $\frac{10 + 11}{2} = 10,5 = a$

Luego  $-1 = \frac{10 - 10,5}{b} \rightarrow b = 0,5$

$$-2^{3/4} = \frac{V_1 - 10,5}{0,5} \rightarrow V_1 = 9,66$$

$$+2^{3/4} = \frac{V_2 - 10,5}{0,5} \rightarrow V_2 = 11,34$$

Así tenemos los cinco valores de pH que se usarán en el bloque de experimentos; de igual forma se procede para las otras dos variables.

Las técnicas para encontrar los coeficientes de la ecuación (1) no se explican aquí por no ser el propósito de este trabajo; ellas se pueden consultar en las referencias<sup>2, 3, 4</sup>.

### Análisis de Variancia

Del análisis de variancia para el diseño central compuesto rotacional se pueden deducir los siguientes aspectos:

- Ajuste del modelo matemático a los datos experimentales obtenidos.
- Importancia de cada variable en los términos de primero y segundo orden y la importancia de las interrelaciones de las variables.

### Ejemplo Numérico

El siguiente ejemplo se incluye con el propósito de ilustrar la aplicación de las técnicas estadísticas para evaluar un proceso del que se tiene poca información inicial. Se quiere evaluar el efecto de la temperatura y de la adición de aire en la tostación de un concentrado de calcopirita, proceso en el que se espera que se formen compuestos que se pueden lixiviar fácilmente en ácido sulfúrico diluido.

Por la experiencia que se tiene, se conoce que la tostación puede dar buenos resultados entre 400 y 600°C. La cantidad de aire agregada está determinada por la capacidad del ventilador y se mide indirectamente por la presión del flujo de aire sobre una columna de agua, graduada de 0 a 6 pulgadas, para el caso que nos ocupa.

La respuesta a evaluar es el porcentaje de extracción de cobre en la lixiviación. La Tabla 1 muestra el bloque de experimentos realizados, con las variables codificadas de acuerdo con la ecuación 4, e indica los valores reales de las variables y el porcentaje de extracción para cada prueba.

El modelo matemático propuesto para explicar el proceso está dado por la siguiente ecuación:

$$\hat{Y}_{ext} = 92,66 + 3,09X_1 + 1,86X_2 - 1,39X_1^2 + 0,97X_2^2 + 0,97X_1X_2 \quad (5)$$

Donde  $\hat{Y}_{ext}$  : estimación del porcentaje de extracción de cobre

$X_1$  : temperatura en valor codificado

$X_2$  : presión de aire en valor codificado

El análisis de variancia mostrará si se puede aceptar el modelo propuesto por la ecuación (5), para explicar el proceso y la importancia de cada término de la regresión cuadrática múltiple usada en el ajuste de la ecuación. La Tabla 2 muestra este análisis.

Donde SC total: sumatoria de cuadrados total

SC: sumatoria de cuadrados

gl: grados de libertad

CM: cuadrado medio

$F_0$  : razón entre el cuadrado medio de los términos de la regresión y el cuadrado medio del error.

Comparando el  $F_0$  de la falta de ajuste 39,48/20,12 = 1,96 con el valor de la distribución teórica F, esto es  $F_{0, 10, 3, 4} = 4,19$  se ve que se tiene un buen ajuste puesto que  $F_0 < 4,19$  y por tanto podemos aceptar el modelo propuesto por la ecuación (5) para explicar el proceso.

De otro lado  $r^2 = 0,9982$  indica que el 99,82% de la variabilidad del proceso puede explicarse por los términos de la regresión cuadrática múltiple.

Para encontrar la importancia de los términos de la regresión se compara  $F_0$  con F. En este caso  $F_0$  debe ser mayor que F; normalmente se tabula F para límites de confianza de 1,0, 5,0 y 10% , el menor valor tabulado es  $F_{0, 10, 1, 4} =$

TABLA 1. Bloque de experimentos de tostación

Ensayo	$X_1$	$X_2$	Temperatura °C	Presión aire mm H <sub>2</sub> O	Extracción %Cu
1	-1	-1	430	3,8	92,46
2	1	-1	571	3,8	98,57
3	-1	1	430	5,2	89,36
4	1	1	571	5,2	99,35
5	-1,41	0	400	4,5	84,01
6	1,41	0	600	4,5	90,13
7	0	-1,41	500	3,5	85,71
8	0	1,41	500	5,5	97,87
9	0	0	500	4,5	89,28
10	0	0	500	4,5	93,87
11	0	0	500	4,5	91,08
12	0	0	500	4,5	92,45
13	0	0	500	4,5	88,65

**TABLA 2. Análisis de variancia para extracción de cobre**

Fuente	SC	gl	CM	F <sub>0</sub>
SC Total	111323,33	13		
Debido a b <sub>0</sub>	110993,65	1		
Debido a b <sub>1</sub>	76,48	1	76,48	3,80
Debido a b <sub>2</sub>	27,68	1	27,68	1,38
Debido a b <sub>11</sub>	16,32	1	16,32	0,81
Debido a b <sub>22</sub>	6,55	1	6,55	0,33
Debido a b <sub>12</sub>	3,76	1	3,76	0,19
Residual	198,98	7		
Falta de ajuste	118,43	3	39,48	1,96
Error	80,46	4	20,12	

$r^2 = 0,9982$

4,55, los términos de la regresión son menores que este valor pero es posible que F<sub>0, 15, 1, 4</sub> sea menor que F<sub>0</sub> de b<sub>1</sub>. De todas maneras la importancia de los términos de la regresión se puede determinar comparándolos entre sí cuando tienen igual número de grados de libertad e igual límite de confianza, siendo más importante el que tenga un mayor valor de F<sub>0</sub>. Así en el ejemplo estudiado la variable más importante es la temperatura, luego la adición de aire; la interrelación aire-temperatura no tiene mucha importancia.

### Optimización

Por medio del modelo matemático propuesto, ecuación 1, se busca una región (o regiones), limitada por los rangos de las variables; donde se obtuvo los mejores resultados de la determinación de estos rangos se puede efectuar fácilmente graficando sobre planos los cortes que hacen las superficies n-dimensionales con el plano. Como en un plano sólo se pueden dibujar 2 variables, las variables de menor importancia se dejan fijas en valores adecuados de modo que se pueda hacer una interpretación acertada con una serie pequeña de gráficas.

Luego con la nueva región elegida y con menos variables, considerando sólo las más importantes, se repite el proceso anterior, se plantea un nuevo modelo matemático y se encuentran los mejores rangos para la respuesta evaluada. Si ésta mejora en forma significativa, debe repetirse nuevamente el proceso; el método continúa en forma iterativa hasta no encontrar mejoras en la respuesta. Los diseños centrales compuestos rotacionales tienen la ventaja de que convergen rápidamente y el proceso usualmente no se repite más de tres veces.

Continuando con el ejemplo anterior, se muestra a conti-

nuación cómo se eligieron los mejores rangos de las variables para obtener altas extracciones de cobre; para ello se grafican isogramas de superficies de respuesta partiendo de la ecuación 5 (Véase Figura 1).

Analizando la Figura 1 se puede ver que en los siguientes rangos se obtienen los mejores resultados:

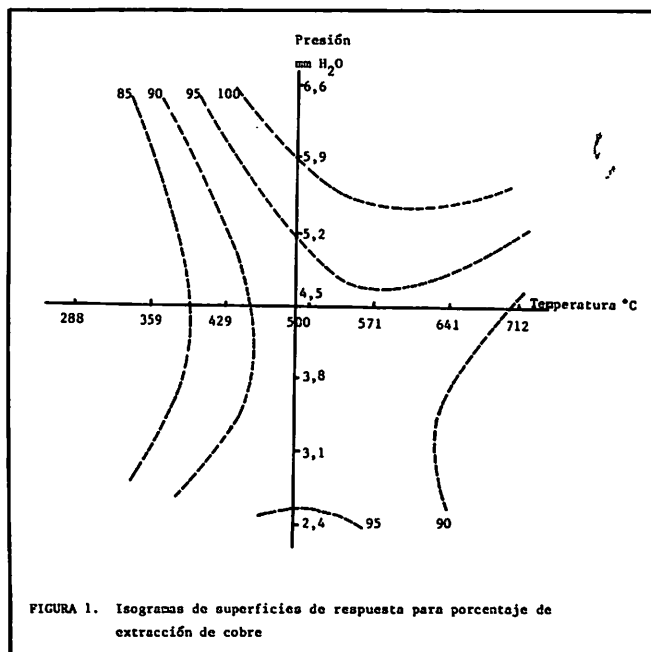


FIGURA 1. Isogramas de superficies de respuesta para porcentaje de extracción de cobre

Temperatura entre 500 y 580°C  
Presión aire entre 5 y 5,7 mm de H<sub>2</sub>O

En estos rangos se obtienen porcentajes de extracción de cobre entre 95 y 100. Los ensayos posteriores confirmaron lo anterior y se dio por terminado el proceso.

El análisis para tres o más variables se hace de manera semejante, aunque los cálculos matemáticos se complican y el número de gráficas necesarias para el análisis es mayor.

### REFERENCIAS

1. ALVAREZ, J. Bases del Diseño Experimental y su Aplicación a las Experiencias de Flotación de Minerales, Seminario Latinoamericano de Metalurgia Extractiva de Cobre, Ciclo de Flotación, Universidad de Concepción, Chile, 1979, p 1-24.
2. RICMERS, A. D. y TODD, H. N., Introducción a la Estadística, España, Editorial Continental, 1971, 645 p.
3. COCHRAN, W. y COX, G., Diseños Experimentales, México, Editorial Trillas, 1974, 661 p.
4. MYERS, R. H. Response Surface Methodology, Boston, Allyn and Bacon, 1971, 245 p.