

Universidad Católica de Santa María
Escuela de Postgrado
Doctorado en Ciencias Ambientales



**RECUPERACIÓN DE ORO CON ALFA-CICLODEXTRINA PARA
RECICLAR RELAVES AURÍFEROS EN LA CUENCA DE OCOÑA
AREQUIPA**

Tesis presentada por el Maestro:

**Chaucayanqui Quisa, Bruno
Emilio**

Para Optar el Grado Académico de

Doctor Ciencias Ambientales

Asesor

Dr. Cáceres Huambo, Alberto

Arequipa Perú

2022

UCSM-ERP

**UNIVERSIDAD CATÓLICA DE SANTA MARÍA
ESCUELA DE POSTGRADO**

DICTAMEN APROBACIÓN DE BORRADOR DE TESIS

Arequipa, 10 de abril del 2022

Dictamen: 003307-C-EPG-2022

Visto el borrador del expediente 003307, presentado por:

2016005791 - CHAUCAYANQUI QUISA BRUNO EMILIO

Titulado:

**RECUPERACION DE ORO CON ALFA-CICLODEXTRINA PARA RECICLAR RELAVES
AURIFEROS EN LA CUENCA DE OCOÑA AREQUIPA**

Nuestro dictamen es:

APROBADO

**1058 - DAVILA DEL CARPIO GONZALO HERMILIO
DICTAMINADOR**



**1634 - ALCAZAR ROJAS HERMAN ENRIQUE
DICTAMINADOR**



**3103 - JIMENEZ PACHECO HUGO GUILLERMO
DICTAMINADOR**



**5428 - DAVILA FLORES BENJAMIN JOSE
DICTAMINADOR**



**5429 - BOCARDO DELGADO EDWIN FREDY
DICTAMINADOR**



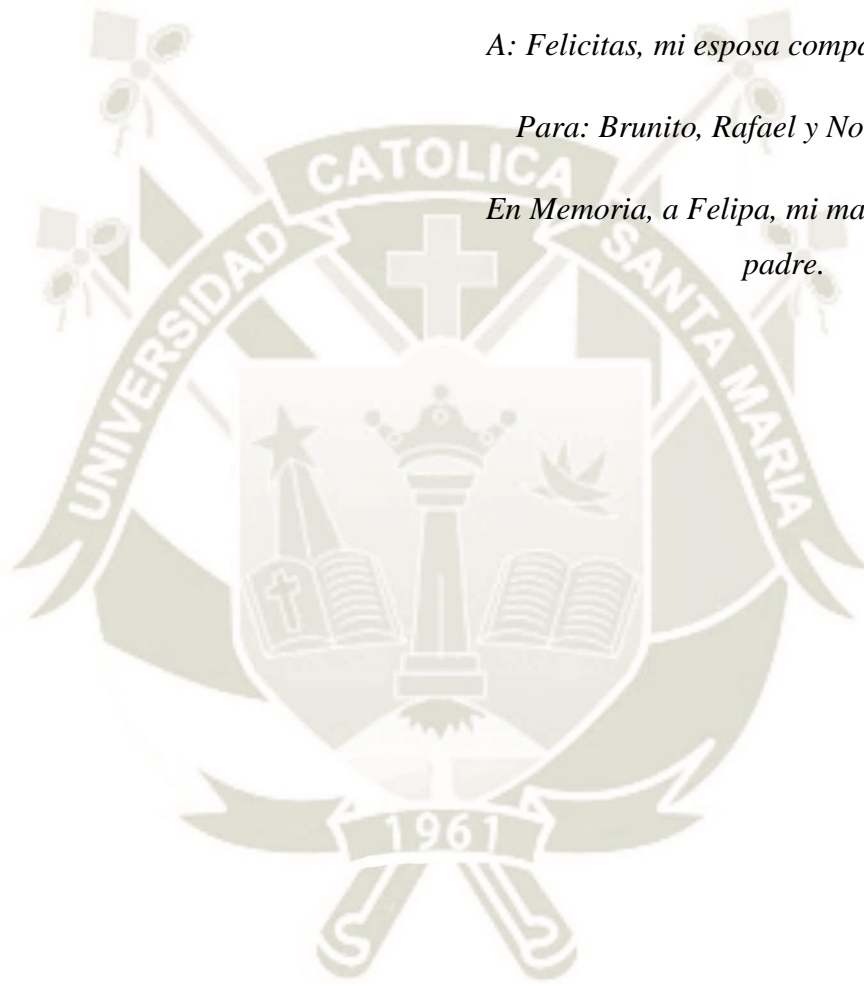
DEDICATORIA

Para: Giannina y Johan, mis hijos.

A: Felicitas, mi esposa compañera de mi vida.

Para: Brunito, Rafael y Novak, mis nietos

*En Memoria, a Felipa, mi madre y Toribio, mi
padre.*



AGRADECIMIENTOS

A:

La Universidad Católica de Santa María, por haberme formado con mayores conocimientos, ética, e investigador.

Mi reconocimiento al Dr. Alberto Cáceres Huambo, mi asesor y guía permanente en la culminación del presente.

Agradezco a los profesores Dres. Lena Gálvez, Gonzalo Dávila y José Villanueva, quienes me enseñaron a investigar con ética y responsabilidad en la asignatura de Asesoría de tesis.

De igual modo agradezco a los profesores Homar Taco Cervantes; por su apoyo en el laboratorio de metalurgia y al profesor Dr. Ángel Amézquita, quien me facilito el laboratorio de Química Analítica UNSA, para realizar los experimentos respectivos durante seis meses.

Gracias a todas aquellas personas, que colaboraron directa e indirectamente en la actividad del presente, los que me facilitaron los reactivos químicos y acceso al muestreo relaves auríferos.

EPÍGRAFE

*Nuestro medio ambiente y casa natural donde
nacimos, crecimos y nos desarrollamos
merece respeto, amor y protección a cada
segundo de nuestra existencia.*

INDICE GENERAL

RESUMEN	
ABSTRACT	
INTRODUCCIÓN	1
HIPÓTESIS	4
OBJETIVOS.....	5
OBJETIVO GENERAL.....	5
OBJETIVOS ESPECÍFICOS	5
CAPÍTULO I.....	6
MARCO TEÓRICO.....	6
CAPÍTULO I.....	7
1. MARCO TEORICO.....	7
1.1. PASIVO AMBIENTAL MINERO (PAMs).....	7
1.2. REACCIONES QUÍMICAS DEL ORO.....	9
1.2.1. <i>Complejos del oro</i>	9
1.2.2. <i>Formación de complejos y constantes de estabilidad</i>	10
1.3. LIXIVIACIÓN.....	13
1.3.1. <i>Método tradicional: Cianuración</i>	13
1.3.1.1. Mecanismo electroquímico.....	14
1.3.2. <i>Cinética de lixiviación:</i>	16
1.3.2.1. Concentración de cianuro y oxígeno.....	17
1.3.2.2. Temperatura.....	19
1.3.2.3. Efecto del Eh y pH.....	20
1.3.2.4. Área superficial.....	21
1.3.2.5. Agitación	22
1.3.2.6. Presencia de otros iones metálicos.....	22
1.3.2.7. Efecto de la alcalinidad sobre la disolución de oro.....	22
1.3.3. <i>Métodos alternativos</i>	23

1.4.	OBTENCIÓN DEL ORO	28
1.5.	ALFA-CICLODEXTRINA (A-CD).....	29
1.5.1.	<i>Complejos anfitrión huésped</i>	33
1.5.2.	<i>Propiedades físicas y químicas de alfa ciclodextrina</i>	36
1.5.3.	<i>Usos y aplicaciones de α-CD</i>	37
1.5.4.	<i>Manejo y almacenamiento del alfa ciclodextrina</i>	38
1.5.5.	<i>Control y protección personal para manipulación</i>	38
1.5.6.	<i>Medidas contra vertido accidental</i>	39
1.5.7.	<i>Medidas de primeros auxilios</i>	39
1.5.8.	<i>Medidas contra incendios</i>	39
1.5.9.	<i>Información toxicología</i>	40
1.6.	ANÁLISIS DE ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS.....	42
CAPITULO II.....		51
METODOLOGIA.....		51
2.1.	MATERIA PRIMA.....	52
2.2.	REACTIVOS.....	55
2.3.	MATERIALES	57
2.4.	EQUIPOS.....	57
2.5.	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	58
2.5.1.	<i>Metodología de caracterización granulométrica (propiedades físicas y mineralógicas) del relave aurífero</i>	61
2.5.2.	<i>Metodología del diseño de procedimientos experimentales (flujograma)</i>	62
2.5.3.	<i>Metodología para la determinación cuantitativa de la concentración inicial de oro en el relave aurífero</i>	65
2.5.4.	<i>Metodología para la lixiviación del relave aurífero con alfa ciclodextrina</i>	66
2.5.5.	<i>Metodología de cálculo de la concentración final de oro en la recuperación con alfa ciclodextrina</i>	68
2.6.	MODELO MATEMÁTICO DEL OBJETIVO	69
2.6.1	<i>Diseño factorial para experimentos</i>	69
2.6.2	<i>Matriz de Diseño</i>	70

2.7. ANÁLISIS Y PROCESAMIENTO DE DATOS ESTADÍSTICOS.....	73
CAPITULO III	74
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	74
3.1 GRANULOMETRÍA, PROPIEDADES FÍSICAS Y ASOCIACIONES MINERALÓGICAS.....	75
3.2 RESULTADOS DE LOS EXPERIMENTOS.....	85
3.3 RESULTADOS DE LA CONCENTRACIÓN INICIAL DE ORO EN EL RELAVE AURÍFERO	92
INTERPRETACIÓN: MUESTRA EL CONTENIDO METÁLICO EN EL RELAVE PREVIA SUPER CONCENTRACIÓN A PARTIR DEL RELAVE INICIAL A MALLA -200, CON EL VALOR DE 114.8 G AU/T.....	92
3.4 RESULTADOS DE LIXIVIACIÓN DEL RELAVE AURÍFERO CON ALFA CICLODEXTRINA.....	93
3.5 RESULTADOS DEL TRATAMIENTO ESTADÍSTICO	94
DISCUSION DE RESULTADOS.....	119
CONCLUSIONES	123
RECOMENDACIONES	125
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	126
ANEXOS.....	135

INDICE DE TABLAS

TABLA 1 TIPOS Y SUBTIPOS DE PAMs.	7
TABLA 2 EVALUACIÓN DE PASIVOS AMBIENTALES PARA CALIFICACIÓN.	8
TABLA 3 OBRAS PRIORIZADAS DE CUENCAS HIDROGRÁFICAS AFECTAS DE RELAVES EN REGIÓN AREQUIPA.	8
TABLA 4 CONSTANTES DE ESTABILIDAD Y POTENCIAL DE REDUCCIÓN ESTÁNDAR PARA COMPLEJOS DE ORO A 25°C (AYLMORE,02005).	10
TABLA 5 EFECTO DEL OXÍGENO SOBRE LA VELOCIDAD DE DISOLUCIÓN DE ORO (MISARI, 2010).	19
TABLA 6 SUCESOS HISTÓRICOS EN LA CIENCIA DE LAS CICLODEXTRINAS.	32
TABLA 7 PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE LAS CDS NATURALES: A-CICLODEXTRINA, B-CICLODEXTRINA Y Γ-CICLODEXTRINA (ADAPTADO DE CONNORS, 1997).	35
TABLA 8 COMPARACIÓN DE RANGOS DE OPERACIÓN DEL ACD Y CIANURO EN MINERAL Y RELAVES AURÍFEROS.	47
TABLA 9 NIVELES MÍNIMOS Y MÁXIMOS – ACIDO.	70
TABLA 10 MATRIZ DE DISEÑO FACTORIAL $N= 2^3 = 8$ PARA % RECUPERACIÓN EN ÁCIDO.	70
TABLA 11 FUNCIÓN RESPUESTA DE CADA PRUEBA CON NIVELES DE EXPERIMENTACIÓN ÁCIDO.	71
TABLA 12 NIVELES MÍNIMOS Y MÁXIMOS - ALCALINO.	72
TABLA 13 MATRIZ DE DISEÑO FACTORIAL $2^3 = 8$ PARA % RECUPERACIÓN EN ALCALINO.	72
TABLA 14 FUNCIÓN RESPUESTA DE CADA PRUEBA CON NIVELES DE EXPERIMENTACIÓN ALCALINO.	73
TABLA 15 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO (ASTM C136)	75
TABLA 16 COMPOSICIÓN Y CARACTERIZACIONES PUNTUALES TOTALES DE ELEMENTOS EN RELAVE POR MEB.	80
TABLA 17 EXPERIMENTO 1: CONCENTRACIÓN DE 1 G DE A-CD Y PH 3	85
TABLA 18 EXPERIMENTO 2. CONCENTRACIÓN DE A-CD DE 1 G Y PH DE 6.	85
TABLA 19 EXPERIMENTO 3. CONCENTRACIÓN DE A-CD DE 3 G Y PH 3	86
TABLA 20 EXPERIMENTO 4: CONCENTRACIÓN DE A-CD DE 3 G Y PH DE 6.	86
TABLA 21 EXPERIMENTO 5: CONCENTRACIÓN DE A-CD DE 1 G Y PH DE 3 Y TIEMPO DE 2 HRS..	87
TABLA 22 EXPERIMENTO 6: CONCENTRACIÓN DE A-CD DE 1 G Y PH DE 6 Y TIEMPO DE 2 HRS..	87

TABLA 23 EXPERIMENTO 7: CONCENTRACIÓN DE A-CD DE 1 G Y PH DE 3 Y TIEMPO DE 2 HRS..	88
TABLA 24 EXPERIMENTO 8. CONCENTRACIÓN DE A-CD DE 3 G Y PH DE 6 Y TIEMPO DE 2 HRS .	88
TABLA 25 EXPERIMENTO 9: CONCENTRACIÓN DE A-CD DE 1.44 G Y PH DE 4, TIEMPO DE 1.5 HRS	
.....	89
TABLA 26 RESULTADOS: RESUMEN DE EXPERIMENTOS EN MEDIO ACIDO Y ORO RECUPERADO..	90
TABLA 27 RESULTADOS RESUMEN DE EXPERIMENTOS Y RECUPERACIÓN DE AU EN MEDIO	
ALCALINO.....	91
TABLA 28 RESULTADO DEL CONTENIDO INICIAL DE AU EN EL RELAVE AURÍFERO (ALCALINO),	
DE MUESTRA DE SECOCHA Y YANAQUIHUA.....	92
TABLA 29 SUPER CONCENTRACIÓN DEL CONTENIDO INICIAL DE ORO POR NEWMONT	
GRAVIMETRÍA (ACIDO).....	92
TABLA 30 LIXIVIACIÓN DEL RELAVE AURÍFERO CON CIANURO DE SODIO (NACN) AL 0.2% DE	
CONCENTRACIÓN.	93
TABLA 31 TRES FACTORES PRINCIPALES Y DOS NIVELES DE DISEÑO FACTORIAL.....	94
TABLA 32 ANÁLISIS DE LAS VARIANZAS EN MEDIO ACIDO.....	98
TABLA 33 AJUSTE DEL MODELO.....	99
TABLA 34 COEFICIENTES CODIFICADOS.....	102
TABLA 35 COEFICIENTES NO CODIFICADOS.....	103
TABLA 36 PREDICCIÓN DE RESPUESTA MÚLTIPLE.....	106
TABLA 37 RESPUESTA.....	106
TABLA 38 ANÁLISIS DE LAS VARIANZAS EN MEDIO ALCALINO.....	111
TABLA 39 AJUSTE DEL MODELO.....	112
TABLA 40 COEFICIENTES CODIFICADOS.....	115
TABLA 41 COEFICIENTES CODIFICADOS.....	116
TABLA 42 VALORES ÓPTIMOS PARA PREDICCIÓN DE RESPUESTA MÚLTIPLE.....	117
TABLA 43 RESPUESTA EN MEDIO ALCALINO.....	117

INDICE DE FIGURAS

FIGURA 1 MÉTODOS DE DISOLUCIÓN (LIXIVIACIÓN) DEL ORO.....	13
FIGURA 2 REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DE LA DISOLUCIÓN DE ORO EN SOLUCIONES CIANURADAS POR CORROSIÓN ELECTROQUÍMICA.	15
FIGURA 3 EL EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DE CIANURO SOBRE LA VELOCIDAD DE DISOLUCIÓN DE ORO.....	18
FIGURA 4 EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LA VELOCIDAD DE DISOLUCIÓN DE ORO CON 0.25% DE KCN EN SOLUCIÓN.....	20
FIGURA 5 DIAGRAMA DE ESTABILIDAD EH-PH PARA EL SISTEMA AU-CN-H ₂ O A 25°C, [Au]= 10- 4 M, [CN]=10 ⁻³ M Y PO ₂ = PH ₂ = 1ATM.....	21
FIGURA 6 DIAGRAMA DE POURBAIX PARA EL SISTEMA AU-BR-H ₂ O A 25°C PARA [Au]=10 ⁻⁵ M Y [Br]=10 ⁻² M.....	25
FIGURA 7 DIAGRAMA DE POURBAIX PARA EL SISTEMA AU-I-H ₂ O A 25°C PARA [Au]=10 ⁻⁵ M Y [I]=10 ⁻² M.	27
FIGURA 8 CICLODEXTRINAS, OLIGOSACÁRIDOS CÍCLICOS CON UN TAMAÑO DE ANILLO DEFINIDO, MOLÉCULAS DE GLUCOSA UNIDAS POR ENLACES α-1-4-GLUCOSÍDICOS.	31
FIGURA 9 ESTRUCTURA QUÍMICA DEL ALFA, BETA Y GAMA CICLODEXTRINAS.	33
FIGURA 10 ESQUEMA ESTRUCTURAL Y DIMENSIONES DE LAS α- (N=6), β-(N=7) Y γ-CDS (N=8) [16]. FUENTE: SERRA MASSANA, (2016).....	34
FIGURA 11 DISPOSICIÓN DE LOS HIDROXILOS PRIMARIOS Y SECUNDARIOS EN LAS CDS.	34
FIGURA 12 DIÁMETROS DE α, β, Y γ CICLODEXTRINAS, VISTA PLANTA Y PERFIL.	36
FIGURA 13 PROCESO DE LIXIVIACIÓN DE ORO CON CIANURACIÓN.....	41
FIGURA 14 REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DEL AUTO ENSAMBLAJE ESPONTÁNEO DE α-CD Y BR EN MEZCLA EN AGUA (KAuBr ₄ Y α-DC). FORMACIÓN DE LA SUPERESTRUCTURA UNIDO POR CADENA DE HIDROGENO EN MENOS DE 1 MINUTO. CRISTALES VISIBLES.	42
FIGURA 15 FORMACIÓN Y CO – PRECIPITACIÓN DE α.BR DE KAuBr ₄ Y α.CD.....	43
FIGURA 16 MORFOLOGÍA DE LAS NANO ESTRUCTURAS DE α.BR.	44
FIGURA 17 LA ESTRUCTURA TIENE LA FÓRMULA <i>KOH26AuBr4α – CD2</i> }n 44	44
FIGURA 18 PRECIPITACIÓN SELECTIVA Y SEPARACIÓN DE ORO.	45
FIGURA 19 UBICACIÓN DEL MUESTREO DE RELAVES AURÍFEROS- CUENCA BAJA (MEDIANTE GARMIN MOSTRANDO LAS COORDENADAS UTM).	52

FIGURA 20 MUESTRA DE RELAVE AURÍFERO EN SACO CUENCA BAJA- SECOCHA.....	53
FIGURA 21 MUESTRA DE RELAVE EN LA CUENCA BAJA DE OCOÑA (SECOCHA); LOS PUNTOS INDICAN SACOS Y LOS NÚMEROS MUESTREADOS.	53
FIGURA 22 MUESTRA EN LA REPRESA DE RELAVE EN LA CUENCA ALTA DE OCOÑA (YANAQUIHUA), LOS NÚMEROS INDICAN PUNTOS DE MUESTREO.	54
FIGURA 23 REPRESA DE RELAVES (RESTOS DE PLANTA DE BENEFICIO DE 200 T) DE YANAQUIHUA Y ZONA DE MUESTREO DE CUENCA ALTA.	55
FIGURA 24 RECUPERACIÓN DE AU EN MEDIO ACIDO.	59
FIGURA 25 RECUPERACIÓN DE ORO CON A-CD EN MEDIO ALCALINO.....	60
FIGURA 26 RELAVE A 100 AUMENTOS, SE OBSERVA LA MATRIZ.	77
FIGURA 27 RELAVE A 500 AUMENTOS (400 μ M), SE OBSERVA LA PIRITA (BRILLANTE) Y LOS OPACOS SON GANGA (CRISTOBALITA).	77
FIGURA 28 RELAVE A 2000 AUMENTOS (100 μ M), SE OBSERVA AU LIBRE.	78
FIGURA 29 ELEMENTOS DE FE, CU, Y AU, EN PORCENTAJES ATÓMICOS EN EL RELAVE.	79
FIGURA 30 AU Y AG PRESENTES EN EL RELAVE, EN % ATÓMICOS (A 2000 AUMENTOS).	79
FIGURA 31 TOTAL, ELEMENTOS ENCONTRADOS EN EL RELAVE.....	80
FIGURA 32 CALCOPIRITA CON PIRITA Y DIGENITA (Cu ₉ S ₅), A 200 μ M.	81
FIGURA 33 CALCOPIRITA, HEMATITAS Y GALENA A 200 μ M.....	82
FIGURA 34 COVELINA CON HEMATITA, CALCOPIRITA Y HEMATITA A 200 μ M.	82
FIGURA 35 PIRITA, PIRITA CON GALENA, CALCOPIRITA Y COVELINA A 200 μ M.	83
FIGURA 36 COVELINA, PIRITA, COVELINA CON GALENA, CALCOPIRITA A 200 μ M.....	83
FIGURA 37 PIRITA, HEMATITA, CALCOPIRITA Y CALCOPIRITA+ COVELINA A 200 μ M.	84
FIGURA 38 PIRITA, CALCOPIRITA, Y DIGENITA CON PIRITA A 200 μ M.	84

INDICE DE GRAFICOS

GRÀFICO 1 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO.....	76
GRÀFICO 2 CUBOS DE MEDIAS AJUSTADAS DEL % DE RECUPERACIÓN DE ORO	95
GRÀFICO 3 RESIDUOS PARA % DE RECUPERACIÓN DE ORO	96
GRÀFICO 4 DIAGRAMA DE PARETO DE EFECTOS ESTANDARIZADOS (FUNCIÓN RESPUESTA DEL % DE RECUPERACIÓN DE ORO $A=0.05$).	97
GRÀFICO 5 NORMAL DE EFECTOS ESTANDARIZADOS ((FUNCIÓN RESPUESTA DEL % DE RECUPERACIÓN DE ORO $A=0.05$).	97
GRÁFICO 6 EFECTOS PRINCIPALES PARA % DE RECUPERACIÓN DE ORO (MEDIAS AJUSTADAS). 100	
GRÁFICO 7 INTERACCIÓN PARA % DE RECUPERACIÓN DEL ORO (MEDIAS AJUSTADAS).	101
GRÁFICO 8 SUPERFICIE DE RESPUESTA DEL % RECUPERACIÓN DE ORO ENTRE CONC A-CD VS PH, TIEMPO 1 FIJO.	105
GRÁFICO 9 PREDICCIÓN DE RESPUESTA MÚLTIPLE.	106
GRÁFICO 10 CUBOS (MEDIAS AJUSTADAS) DE % DE RECUPERACIÓN DE ORO.....	108
GRÁFICO 11 RESIDUOS PARA % DE RECUPERACIÓN DEL ORO.	109
GRÁFICO 12 DIAGRAMA DE PARETO DE EFECTOS ESTANDARIZADOS (LA RESPUESTA ES % DE RECUPERACIÓN DE ORO $A=0.05$).	110
GRÁFICO 13 PROBABILIDAD NORMAL DE EFECTOS ESTANDARIZADOS (LA RESPUESTA ES % DE RECUPERACIÓN DE ORO $A=0.05$).	110
GRÁFICO 14 EFECTOS PRINCIPALES PARA % DE RECUPERACIÓN DE ORO MEDIAS AJUSTADAS. 112	
GRÁFICO 15 INTERACCIÓN PARA % DE RECUPERACIÓN DE ORO MEDIAS AJUSTADAS	113
GRÁFICO 16 SUPERFICIE DEL % DE RECUPERACIÓN DE ORO VS CONCENTRACIÓN DE A-CD*CONC A-CD.	116
GRÁFICO 17 PREDICCIÓN DE RESPUESTA MÚLTIPLE EN MEDIO ALCALINO.	118

INDICE DE DIAGRAMAS

DIAGRAMA 1 PROTOCOLO DE RECUPERACIÓN DE ORO CON ACD EN DESECHOS ELECTRÓNICOS.	63
DIAGRAMA 2 PROTOCOLO DE RECUPERACIÓN DE ORO CON ACD PARA RECICLAR RELAVES AURÍFEROS.	65



INDICE DE ANEXOS

ANEXO 1 MATRIZ DE CONSISTENCIA.	135
ANEXO 2. FOTOGRAFÍAS DE LOS EXPERIMENTOS EN MEDIO ÁCIDO.	136
ANEXO 3: COMPOSICIÓN MINERALÓGICA CON EDX DE MUESTRA DE RELAVE AURÍFERO	138



LISTA DE ABREVIATURAS

α -CD: alfa ciclodextrina

IIMP: Instituto de Ingenieros de Minas del Perú

PM₁₀: material particulado en tamaños menores de 10 micrones

MEM: Ministerio de Energía y Minas.

PBI: Producto Bruto Interno

PAMs: pasivos ambientales mineros

RSH: riesgo a la salud humana

RSHAF: salud humana y ambiente físico

RFSC: fauna silvestre y conservación

DGAM: Dirección general de asuntos ambientales

CMDEAEC: carboximetil-dietilamonioetilo celulosa

EDRR: electroquímica deposición redox – reemplazo

RVC: carbón vitrio reticulado

Au: oro

Hg: mercurio

Br: Bromo

Cl: cloro

K: potasio

H: hidrogeno

O: oxigeno

Ergo: Evaluación de riesgos ergonómicos con Software

MEB: microscopio electrónico de barrido.

MO: microscopio óptico.

SEM: microscopio electrónico escaneado

CRI: certificado responsable del investigador

HBr: ácido bromhídrico

HOBr: ácido hipobromoso

DMH: dimetil hidantoin

CGTasa: gluconotransferasa



RESUMEN

El relave aurífero, fue recolectada de Aguadita- Esmeralda II, Pampailima- Secocha, se procesó con el objetivo de recuperar oro con alfa ciclodextrina (α -CD) para reciclar relaves auríferos en la cuenca de Ocoña Arequipa. La unidad de análisis fue muestras de relaves, mediante un. diseño experimental de 3 factores principales (pH, concentración α -CD y tiempo) y dos niveles. Se aplico el método 1, en medio ácido del protocolo 2 de Liu, y colaboradores, previa concentración gravimétrica Knelson de 29 kg de relave obteniéndose 289.4 g de material con el contenido metálico fue 114.8 g Au/t; luego se continuo con el método 2, en medio alcalino donde los experimentos fueron 8 y adición de tres por error y curvatura con α -CD.

Los resultados de los experimentos a escala de laboratorio, fueron mediante el análisis de varianza (ANOVA), luego de modelar con la ecuación de regresión lineal, y optimización para el método 1, resulto 3 g de α -CD, pH igual a 3 y tiempo de una hora logrando recuperar el 86.74% de oro; mientras que el método 2, el óptimo fue con 0.26 g de α -CD y tiempo de 24 horas, pH 11, donde se recuperó el 97.98% de oro a partir de relaves auríferos.

En conclusión, la alfa ciclodextrina con 0.2625 g es hospedero del oro, constituyendo el mayor porcentaje de recuperación.

Palabras clave: alfa-ciclodextrina, relaves, auríferos, reciclar, oro, lixiviación, pasivo ambiental.

ABSTRACT

The gold tailings, collected from Aguadita- Esmeralda II, Pampailima-Secochoa, were processed with the objective of recovering gold with alpha cyclodextrin (α -CD) to recycle gold tailings in the Ocoña Arequipa basin. The unit of analysis was tailings samples, through a experimental design of 3 main factors (pH, α -CD concentration and time) and two levels. Method 1 was applied, in an acid medium of protocol 2 of Liu, et al., prior Knelson gravimetric concentration of 29 kg of tailings, obtaining 289.4 g of material with a metal content of 114.8 g Au/t; then method 2 was continued, in alkaline medium where the experiments were 8 and addition of three by error and curvature with α -CD.

The results of the experiments on a laboratory scale, were through the analysis of variance (ANOVA), after modeling with the linear regression equation, and optimization for method 1, it resulted in 3 g of α -CD, pH equal to 3 and time of one hour managing to recover 86.74% of gold; while method 2, the optimum was with 0.26 g of α -CD and a time of 24 hours, pH 11, where 97.98% of gold was recovered from gold tailings.

In conclusion, the alpha cyclodextrin with 0.2625 g is host to gold, constituting the highest percentage of recovery.

Keywords: Alpha-cyclodextrin, gold, tailings, recycle, gold, leaching, environmental liability.

INTRODUCCIÓN

El relave aurífero es subproducto de la extracción del oro en menas. El proceso, comienza con el chancado y molido del mineral procedente de la mina hasta tamaños de centímetros y milímetros, este material ingresa a los molinos (tanques) donde se agrega agua, formando lodo (pulpa) y permanece en el resto del proceso de extracción. Continúa la flotación (en ciertos casos), este opera con la adición de aire con agitación (burbujas) y espumantes que actúan sobre las partículas individuales que contienen mineral que se desea obtener selectivamente y las elevan a la superficie, dichas espumas que contiene estas partículas valiosas son retiradas, procesadas y secadas y se transforman en concentrado (mezcla de oro y material estéril). Por otro lado, las partículas de desecho que quedan constituyen los relaves.

El estado tiene promulgado la Ley 28271 (2004) para regular los pasivos ambientales de la actividad minera, es decir toda entidad que haya generado relaves está obligada a su remediación, por tal razón el uso de estos relaves puede disminuir la ocupación del espacio para dar valor agregado. Ante preocupante aumento de mineros artesanales en Alto Molino de Secocha, Iquipi y los problemas tecnológicos, sociales y económicos, se propone un nuevo proceso de recuperación de oro con alfa-ciclodextrina (α -CD), que ofrece un proceso mucho más amigable con el medio ambiente y sostenible.

Enunciado del problema

La minería es una actividad extractiva de la corteza terrestre, que consiste en la obtención selectiva de metales (Au), subproductos comerciales y relaves (sin valor), esto implica el movimiento de grandes cantidades de materiales para recuperar pequeños volúmenes de los minerales valiosos, pero la mayor cantidad de esto es relave, que pueden causar contaminación en el medio ambiente, ocupación de espacios, generación de aguas ácidas y polvo, alteración del paisaje, por lo que debe hacerse un reciclaje o tratamiento.

La acentuación de la minería artesanal e ilegal en la cuenca de Ocoña, alcanzado a 490 como población activa, sin conocimientos tecnológicos de manejo de relaves auríferos, por ser costosos, estos son almacenados alrededor de pozas de amalgamación, otros dejan en el cauce de ríos o playas de ríos, de otros relaves no se conoce su destino de volumen considerable en el medio ambiente.

Además, estos relaves presentan diferentes composiciones químicas, mineralógicas, que es posible a ocasionar alteración del medio ambiente por contener como metales pesados, generación del material particulado (PM₁₀), contaminación del aire, afectación a las aguas superficiales y subterráneas y riesgo a la salud humana y biodiversidad; siendo necesaria la búsqueda de otras tecnologías avanzadas de sostenibilidad para disponer y convertirlos de pasivo a activo.

Justificación del problema

Han determinado obras prioritarias de remediación por relaves en la región Arequipa en las siguientes cuencas: Ocoña, Camaná, Acari, Yauca, Chala, Chaparra, Ático y Caraveli. El número de plantas de beneficio de mineral metálico formales en Arequipa, es de 39. Estas actividades que utilizan técnicas con potencial de riesgo en la salud del hombre y biodiversidad, son las que generan los relaves Ministerio de Energía y minas. (Anonimo).

De acuerdo a Ley 30693 (2018), otorga a favor de la Empresa Activos Mineros SAC, para ser destinados a financiar estudios de preinversión, ejecución de proyectos de inversión, postcierre, trabajos complementarios, de mantenimiento, reparaciones, entre otros, relacionados con la remediación de pasivos ambientales, hasta por el monto de S/ 20 000 000,00 (veinte millones y 00/100 soles) El Peruano (2018).

Siendo los relaves pasivos ambientales que pueden contener tóxicos y están en el ambiente, si no se tratan con métodos adecuados, son un riesgo potencial para la salud humana, biodiversidad y ecosistema.

También se basa en el método socrático, hacer varias preguntas y respuestas, para hallar definiciones que puedan considerarse universales, más allá de simples opiniones. El

procedimiento parte de casos concretos de experiencias, mediante los cuales se trata de llegar a un concepto que perdure y sea aceptado por todos, el mismo que se va construyendo de una larga conversación y discusión entre personas, llamada dialéctica, la que nos hace distinguir los pensamiento comunes o equivocados de las distintas personas. Sócrates desarrolla su método practico en forma de dialogo, en el que a través de razonamientos inductivos se puede alcanzar a la definición universal de los términos, objeto de una investigación. El método socrático considera al lenguaje, el instrumento fundamental del razonamiento, el mismo que se presenta en forma de dialogo conversación. La clave de este, está en el modo de preguntar, indagar y responder a las preguntas así alcanzar la cumbre del pensamiento. (Araujo, 2015)

Académica: los profesionales tenemos la necesidad de la búsqueda de tecnologías alternativas para la recuperación de oro de los relaves, con procesos amigables con el medio ambiente como la utilización de alfa-ciclodextrina y haluro (bromo).

Social-económico: la industria minera aporta al PBI del país el 10% (2018). Pero la presencia de relaves genera conflictos sociales, entonces acorde al código de medio ambiente y recursos naturales (1990), se plantea por primera vez a utilizar este compuesto de alfa-ciclodextrina para recuperar oro adicional de los relaves auríferos, lo cual en el futuro disminuyen los pasivos ambientales.

Ambiental: los métodos de recuperación del oro como la técnica hidrometalúrgica, involucra al cianuro de sodio y Tiourea, luego fusión que recurre a mercurio, que constituyen actividades contaminantes del medio ambiente. Anteriormente usaron alfa- ciclodextrina (α -CD) para separar oro en restos electrónicos, y mostraron economía y ecológica. Esta tesis de investigación utilizo alfa ciclodextrina (α -CD) siendo alternativo como acido bromhídrico (HBr, haluro para lixiviar) para separar oro adicional de los relaves auríferos procedentes de la cuenca de Ocoña, en lugar de restos electrónicos de oro, mediante lixiviación en laboratorio. Comprendiendo el desarrollo sostenible en los procesos de recuperación del oro para reciclar relaves auríferos que involucra a la economía, medio ambiente y sociedad, propongo el método amigable del uso de la alfa-ciclodextrina.

Ética: esta investigación cumple las normas de ética y certificado responsable del investigador (CRI).

HIPÓTESIS

Dado que, la alfa ciclodextrina tiene grupos hidroxilos primarios libres de mayor debilidad de enlaces de hidrógeno que forman complejos anfitrión - huésped y que son fáciles de solvatar lo que incrementa la solubilidad en el agua.

Es probable que la alfa ciclodextrina recupere la cantidad de oro en las muestras de relaves auríferos distribuidos en la cuenca de Ocoña.

OBJETIVOS

Objetivo general

Recuperar oro con alfa- ciclodextrina (α -CD) para reciclar relaves auríferos en la cuenca de Ocoña Arequipa.

Objetivos Específicos

1. Caracterizar la granulometría (características físicas y mineralógicas) del relave aurífero para reciclar relaves auríferos de la cuenca de Ocoña Arequipa.
2. Diseñar los procedimientos experimentales en laboratorio, acorde al protocolo adaptado para recuperar oro de relaves auríferos con alfa-ciclodextrina (α -CD), previa concentración gravimétrica, en rangos de pH variable, en tiempo determinado en horas.
3. Determinar la concentración inicial total de oro en el relave aurífero, por el método de ensayo a fuego, para recuperación del metal precioso con alfa ciclodextrina (α -CD) y reciclar relaves auríferos en la cuenca de Ocoña Arequipa.
4. Evaluar la lixiviación del relave aurífero con alfa-ciclodextrina en el laboratorio.
5. Estimar la eficiencia de recuperación de oro de los relaves auríferos con alfa- ciclo dextrina (α -CD).



CAPÍTULO I

1. MARCO TEORICO

1.1. Pasivo ambiental minero (PAMs)

Según Alva (2004) los pasivos ambientales (PAMs), se consideran a las instalaciones, efluentes, emisiones, depósitos de relaves dejados por operaciones mineras abandonadas que crean riesgo permanente potencial para la salud de la población, el ecosistema circundante y la propiedad.

Alegre (2009) recomiendan reaprovechamiento de PAMs: en la extracción de minerales: de los desmontes, relaves.

Según norma peruana los PAMs pueden ser tipos y componentes, (Ver Tabla 1) y los PAMs, al 2019 han sido actualizados y se estiman 8 794; donde también recomienda el retratamiento (Chappuis M. , 2019)

Tabla 1
Tipos y subtipos de PAMs.

TIPOS	COMPONENTES
Labor minera	Bocaminas, chimeneas, piques, tajeos comunicados, trincheras y tajos abiertos.
Residuo minero	Relaves, desmontes de mina, botaderos de lixiviación.
Infraestructura	Campamentos, oficinas, talleres, plantas de procesamiento y otras instalaciones relacionadas con el proyecto minero.

Fuente: (Chappuis M. , 2019),

Han valorado el puntaje de riesgo del relave, mediante indicador de riesgo, donde tenemos:

Puntaje total= $PT = RSH + RSHAF + RFSC =$ Puntaje total máximo= $PTM = 3 \times 17 = 51$.

(Ver Tabla 2)

Tabla 2

Evaluación de pasivos ambientales para calificación.

Riesgos	N° de riesgos a evaluar
Seguridad humana	6 (a la salud humana)
Salud humana y ambiente físico	4 (salud humana y a ambiente físico)
Fauna silvestre y conservación	7 (fauna silvestre y conservación)
Total	17

Fuente: (Chappuis M. , 2019)

En la región Arequipa se tienen las siguientes cuencas hidrográficas priorizadas a futuro.
(Ver Tabla 3)

Tabla 3

Obras priorizadas de cuencas hidrográficas afectas de relaves en Región Arequipa.

Lugar a nivel nacional	Nombre de zona con PAMs	Puntaje total
15	Ocoña	51
34	Yauca	47
35	Camaná	47
42	Acarí	45
49	Tambo	44
60	Quilca	41
68	Chala	40
85	Chaparra	35
103	Caraveli	27
104	Ático	26

Fuente: (Chappuis M. , 2019)

Relaves, son desechos del procesamiento metalúrgico hidrometalúrgico de la planta de beneficio. El mineral proveniente de mina, es ingresado al proceso metalúrgico, luego se aplica la conminución (chancado y molienda) hasta una granulometría de malla $-/+200$, para los procesos fisicoquímicos de separación de la parte valiosa comercial, de aquella mena, como se mencionó en la introducción. (Anónimo)

“En la práctica, los relaves representan aproximadamente entre el 90% al 98% en promedio, en peso del mineral alimentado a una planta metalúrgica y contenido de agua con el que salen del proceso metalúrgico, el cual puede representar a 75% de la masa total del relave, volumen que debe ser tratado”. (Travezaño Castro, 2021 p.39)

“El incidente de depósitos de relaves, puede ser definida como evento, esta definición divide los incidentes en las categorías de: falla y accidentes. Por su parte las fallas y accidentes se diferencian de acuerdo al estado activo o inactivo” (Monsalve Stange, 2021, p. 11).

1.2. Reacciones químicas del oro

El oro es noble de todos los metales, considerado metal precioso y tiene varias aplicaciones en la industria (Nicol et al, 1992), en vista que es más estable y menos reactivo con el oxígeno y ácidos fuertes. Cuya disolución en solución acuosa, requiere agentes acomplejantes y oxidantes en lixiviación, la estabilidad del oro es reducida en presencia limitado de ligandos, como: cianuro, cloruro, haluros (Cl, Br, y I), tiourea, tiocianato, tiosulfato y algunos ácidos orgánicos, para dar complejos estables. (Melashvili y otros, 2015)

1.2.1. Complejos del oro

Son dos importantes oxidaciones cuando se encuentra en solución acuosa, el auroso (Au^{+1}) y el áurico (Au^{+3}). (interés hidrometalúrgico).

Las constantes de estabilidad (β_2 o β_3), para dos complejos de oro Au^{+1} y Au^{3+} y potenciales de reducción estándar, ver en la Tabla 4. “Este estado de oxidación preferido está relacionado con la configuración electrónica del ligando. Los ligandos donadores de electrones suaves, como cianuro, tiourea, tiocianato, y tiosulfato, prefieren iones metálicos como auroso (Au^{+1}); mientras que los

ligandos donadores de electrones duros, tales: cloro, amoníaco, yodo, bromo y los otros haluros, prefieren iones metálicos como áurico (Au^{3+})". (Marsden & House, 2006 como se citó en Perea Solano, 2016, p. 4)

Tabla 4

Constantes de estabilidad y potencial de reducción estándar para complejos de oro a 25°C (Aylmore, 02005)

Ligando	Complejo Au^{+1} o Au^{3+}	Log β_2 o β_3	$E^\circ \text{Au}(+1 \text{ o } +3)/\text{Au(V vs SHE)}$	Rango de pH
CN^-	Au(CN)_2^-	38.3	-0.57	>9
	Au(SCN)_2^-	17.1	0.66	
SCN^-	Au(SCN)_4^-	43.9	0.66	<3
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	$\text{Au(S}_2\text{O}_3)_2^{3-}$	28.7	0.17	8-10
Cl^-	AuCl_2^-	9.1	1.11	
	AuCl_4^-	25.3	1.00	<3
	AuBr_2^-	12.0	0.98	
Br^-	-	-	-	5 – 8
	AuBr_4^-	32.8	0.97	
	AuI_2^-	18.6	0.58	
I^-	-	-	-	5 – 9
	AuI_4^-	47.7	0.69	
$\text{CS(NH}_2)_2$	$\text{Au(NH}_2\text{CSNH}_2)_2^+$	23.3	0.38	<3
HS^-	Au(HS)_2^-	29.9	-0.25	<9
NH_3	$\text{Au(NH}_3)_2^+$	26.5	0.57	>9
Glicinato	$\text{Au(NH}_2\text{CH}_2\text{COO)}_2^-$	18.0	0.63	9
SO_3^{2-}	$\text{Au(SO}_3)_2^{3-}$	15.4	0.77	>4

Fuente: Perea Solano, (2016)

1.2.2. Formación de complejos y constantes de estabilidad

Los complejos pueden ser catiónicos, aniónicos o de carga neutra, dependiendo de la cantidad de cargas de los componentes del oro, se pudo ver en la tabla .4,

forma complejos aniónicos con mayoría de los ligandos a excepción del amoníaco ($\text{Au}(\text{NH}_3)^{2+}$) y tiourea ($\text{Au}(\text{NH}_2\text{CSNH}_2)^{2+}$) con ellos forman catiónicos. Sufre la atracción electrostática entre el extremo positivo de oro y la molécula polar del agua presentes en la solución acuosa son solvatados (ion en una solución esta complejado por moléculas del solvente). El enmarañado de iones metálicos resulta de la sustitución de moléculas de agua de iones metálicos con iones complejos, que enlazan químicamente a las metálicas. (Melashvili y otros, 2015)

Actualmente, existen, cantidades de complejos de oro con una amplia gama de estabilidades, la cual está supeditada a la naturaleza del átomo donador del enlazador, es decir, el átomo en el ligando que está conectado directo al oro. Los dominios de oxidación (+1) y (+3) son iones metálicos de tipo B, lo que quiere decir que la estabilidad de los complejos tiende a disminuir a medida que aumenta la electronegatividad de los átomos donantes del ligando, de tal modo, se incrementa la tendencia del átomo para atraer electrones. Se puede clasificar la estabilidad de la siguiente forma $\text{I}^- > \text{Br}^- > \text{Cl}^- > \text{F}^-$, mientras que el orden de electronegatividades sería: $\text{F}^- > \text{Cl}^- > \text{Br}^- > \text{I}^-$. El orden de estabilidad de otros complejos es: $\underline{\text{Se}}\text{CN}^- > \underline{\text{S}}\text{CN}^- > \underline{\text{O}}\text{CN}^-$ o $\underline{\text{CN}}^- > \underline{\text{NH}}_3 > \underline{\text{H}}_2\text{O}$ (el elemento subrayado es el átomo unido al oro en el complejo formado en cada caso). “Para un metal (Me) con valencia Z^+ una solución que contiene un anión L con valencia y^- , L es un ligando y el producto de la interacción iónica es la formación de un complejo, expresado por la ecuación” 1.1. (Nicol et al., 1992 como se citó en Perea Solano, 2016)



El máximo de iones de L que podrá formar complejos con Me^{Z^+} y la cantidad de coordinación de Me^{Z^+} es n. Se forman secuencialmente los complejos, los cuales son controlados por la constante de estabilidad K (Burkin, 2001).

Los cationes metálicos polivalentes reaccionan con ligandos, para formar una secuencia de complejos metálicos, donde para cada uno de ellos se puede deslindar la constante de estabilidad, resultando la sucesión de constantes para un metal-ligando determinado, luego es probable calcular la constante acumulativa de estabilidad β , que fue nominada para complejos de coordinaciones superiores, ver la ecuación 1.2. (Marsden & House, 2006 como se citó en Perea Solano, 2016)

$$\beta_n = K_1 K_2 K_3 \dots K_n \quad (1.2)$$

Los factores que examinan las cantidades absolutas y relativas de cada categoría, que contienen un metal y ligando libre en la solución son (Burkin, 2001):

- ✓ Los valores de cada constante de equilibrio.
- ✓ La concentración total del metal en cualquier forma [Met].
- ✓ La concentración total de ligando [L_t].
- ✓ La relación de estas dos concentraciones.
- ✓ Los coeficientes de actividad de cada especie presente en la solución.

Primero se forma el complejo MeL en función directa a la concentración del ligando esto incrementa esta concentración y luego baja a medida que se forma el complejo MeL₂, en seguida, sube de nuevo y baja mientras se forma los complejos superiores. Cuya formación del complejo MeL_n está dada ecuación 1.3. (Havlík, 2008 como se citó p.7 en Perea Solano, 2016, p. 7)

$$\alpha_{MeLn} = \left[\frac{MeLn}{Met} \right] \quad (1.3).$$

1.3. Lixiviación

Es la disolución del metal oro, en un líquido. Para la reacción aceptable en una solución acuosa se requieren entre acomplejante y oxidante (Marsden & House, 2006 como se citó en Perea Solano, 2016, p.10).

Los métodos de lixiviación de oro son dos: tradicional y alternativos; dicha esquemática está en la figura 1.

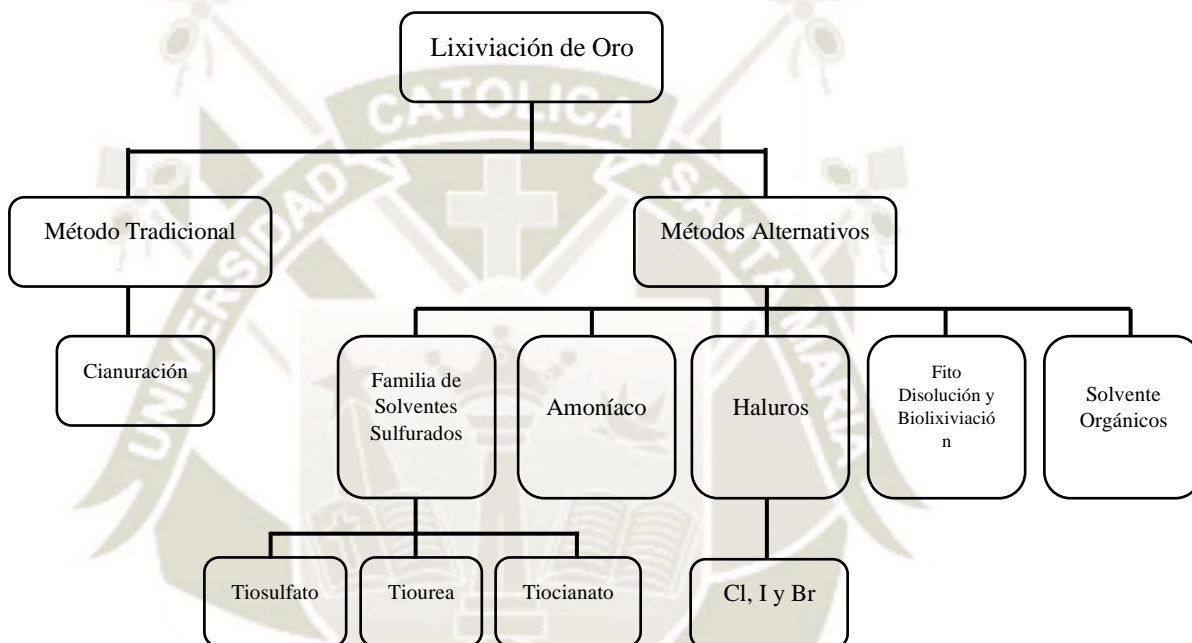


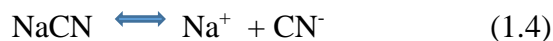
Figura 1
Métodos de disolución (lixiviación) del oro.

Fuente: Perea Solano, (2016)

1.3.1. Método tradicional: Cianuración

Desde 1887 ha sido utilizado para la disolución de oro, debido a su alta eficiencia y costo relativamente bajo; el 18% de la producción mundial de cianuro se emplea en operaciones mineras para la recuperación de oro (Syed, 2011). La disolución de oro en soluciones de cianuro es sustancialmente un proceso electroquímico (Kudryk & Kellogg, 1954 como se citó en Perea Solano, 2016, p. 10).

Las tres sales de cianuro simple son eficientes: de sodio, potasio y calcio se disuelven en el agua para formar cationes metálicos respectivos e iones de cianuro libre. La ecuación de cianuro de sodio (Perea Solano, 2016, p. 11).



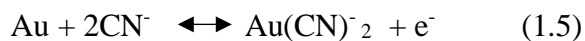
Las sales antes mencionadas de cianuro (CN) son eficaces a escala comercial para la lixiviación. Tanto el cianuro de sodio y potasio poseen mayor solubilidad frente al cianuro de calcio y comúnmente se encuentran bien pura, lo que otorga ventajas para el manejo y distribución en los sistemas de lixiviación. Su elección de las sales de cianuro está en función a aplicación, costo y disponibilidad. Siendo más usado en la extracción de oro, basado a los siguientes factores son: costo relativo menor; eficiencia en disolución de oro y plata, selectividad para oro y plata sobre otros metales, manejo seguro (entre pH=10-12) con poco riesgo para la salud y el medio ambiente (atenuación por procesos naturales, exposición a la luz del sol). El oxidante de uso común en la lixiviación con cianuro es oxígeno. (Perea Solano, 2016, p. 11)

Sin embargo, fue necesario buscar alternativas, debido a las siguientes desventajas: a) Impactos ambientales negativos por uso inadecuado b) Baja recuperación de oro en minerales refractarios, c) Amenaza a la salud humana y biota por abandono de desechos d) Limitaciones de uso en algunos países debido a mala percepción. (Perea Solano, 2016)

1.3.1.1. Mecanismo electroquímico

En la lixiviación, intervienen tres mecanismos: físicos, químicos y electroquímicos; en la cianuración la disolución se rige por los principios electroquímicos de horadamiento (Misari, 2010). Se muestran dos reacciones:

Reacción anódica: se oxida de Au a Au⁺ y resulta el complejo estable con el cianuro denominado complejo aurocianida en el mineral; donde el oro en solución es movido en la solución misma ecuación 1.5 (Perea Solano, 2016).



Reacción Catódica: es cuando se oxida el oxígeno del aire y el agua presente en la solución resultando peróxido de hidrógeno e iones OH⁻ que son vectores de la solución ecuación 1.6 (Perea Solano, 2016).



La oxidación del oro, en la zona anódica, el oxígeno se reduce sobre la superficie metálica de la zona catódica, por movimiento de electrones entre la fase líquida (O₂ y CN) y sólida (Au). El estrato límite de Nernst situada entre ambas fases, tendrá un espesor variable que depende del método de lixiviación y la velocidad de agitación ver la figura 2. (Misari, 2010 como se citó en Perea Solano, 2016)

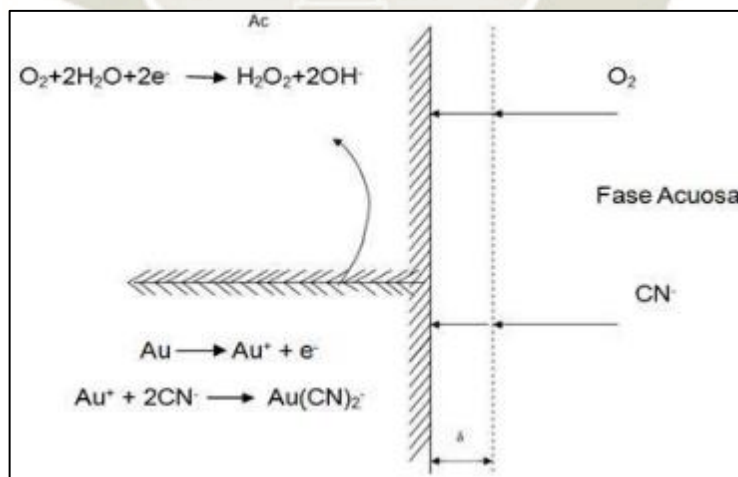
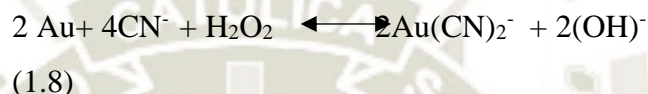
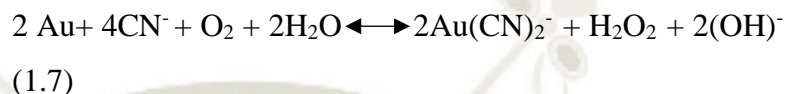


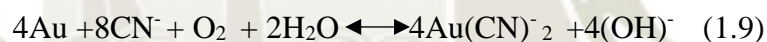
Figura 2
Representación esquemática de la disolución de oro en soluciones cianuradas por corrosión electroquímica.

Fuente: Gaviria et al., (2007)

La disolución total de oro en soluciones alcalinas de cianuro, tomando en cuenta tanto la semirreacción anódica y catódica, se presenta con mayor precisión por las dos ecuaciones 1.7 y 1.8 que proceden paralelamente (Marsden & House, 2006 como se citó en Perea Solano, 2016).



La ecuación 1.9 dado por Elsner es estequiométricamente correcta pero no describe completamente las reacciones catódicas asociadas a la disolución (Marsden & House, 2006 como se citó en Perea Solano, 2016).



1.3.2. Cinética de lixiviación:

Para el proceso hidrometalúrgico el diseño de cinética de lixiviación es primordial, en esta etapa de menor velocidad debe identificarse para maximizar el proceso. Existen dos fases en la reacción: sólida y líquida, que se produce en cinco etapas siguientes:

1. Propagación de los reactantes desde la solución hasta la interfase sólido-líquido.
 2. Absorción de los reactantes en la superficie del sólido.
 3. Reacción en la superficie.
 4. Desorción de los productos de la reacción de la superficie del sólido.
 5. Difusión de estos productos de la interfase sólido-líquido a la solución.
- (Misari, 2010 como se citó en Perea Solano, 2016)

Entre las etapas 1 y 5 el tiempo empleado es supeditado por las velocidades de difusión, sin embargo, entre las etapas 2, 3 y 4 es ejercido por la rapidez de los procesos químicos. Para el caso de que la difusión fuera lenta, es conveniente mayor agitación para rapidez de la reacción, en caso de que esta última es retardada por los procesos químicos, es necesario subir la temperatura. (Misari, 2010 como se citó en Perea Solano). Los factores dependientes primordiales de velocidad de disolución de oro en la cianuración son:

1.3.2.1. Concentración de cianuro y oxígeno

La ecuación 1.7, evidencia que un mol de oro requiere de medio mol de oxígeno y dos moles de cianuro, para que exista disolución, esto en función de la eficacia de la reducción de peróxido de hidrógeno y de una mayor reacción del proceso de transferencia de dos electrones (figura 2). La índole limitante de la velocidad de reacción se produce cuando las velocidades de propagación de cianuro y el oxígeno son iguales, por lo tanto, cualquier especie que tenga la tasa de propagación muy lenta otorgará dicha índole limitante de la velocidad. (Perea Solano, 2016)

Haciendo estudios en electrodos de disco rotativo de oro, hallaron la relación óptima molar de CN^- - O_2 entre 4:1 a 7:1. Sin embargo normalmente se usan relaciones CN^- - O_2 mayores que 6:1 con ello aseguran la concentración de cianuro que no sea limitador de la velocidad de la reacción. En solución alcalina de cianuro, la velocidad de disolución es normalmente el transporte de masa controlado, siendo la energía de activación de 8 a 20 kJ/mol y depende de la velocidad de propagación del cianuro, oxígeno o una combinación de ambos hacia la superficie de oro. (Perea Solano, 2016)

Se puede controlar la concentración de cianuro, con aumento de solución de cianuro concentrada o un compuesto de cianuro sólido, pero

es difícil controlar la concentración de oxígeno disuelto a la baja solubilidad del oxígeno en el agua a condiciones atmosféricas. A nivel del mar y a 25°C, la concentración de oxígeno disuelto en la solución es de 8,2 mg/L. Sin embargo, este valor disminuye con la altitud y el aumento de la temperatura. La disolución máxima de oro a la concentración de oxígeno en condición estándar se logra en concentración de cianuro aproximada de 0,005% a 0,002 M CN^- , lo cual equivale a 0,01% o 0,05 g/L NaCN. En la figura 3 se observa a la velocidad máxima de disolución de oro (3 mg/pulg²/h) se logra a 0,02% a 0,10 g/L NaCN. (Perea Solano, 2016, p. 15)

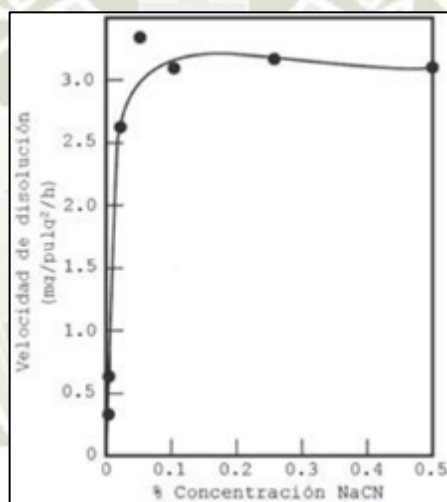


Figura 3
El efecto de la concentración de cianuro sobre la velocidad de disolución de oro.

Fuente: Marsden & House, (2006)

Barsky, Swainson y Hedley en 1934 determinaron la velocidad de disolución de oro a 0,1% de NaCN, en un volumen de 100 ml de solución a 25°C y variando el volumen de oxígeno, durante 30 minutos, lo cual dio un resultado de velocidad de disolución de oro, directamente proporcional al contenido de oxígeno, ver la tabla 5. (Misari, 2010 como se citó en Perea Solano, 2016, p. 16)

Tabla 5

Efecto del oxígeno sobre la velocidad de disolución de oro (Misari, 2010).

Oxígeno	Velocidad de disolución mg/cm ² /h
0	0,04
9,0	1,03
20,9	2,36
60,1	7,62
99,5	12,62

Fuente: Perea Solano, (2016)

1.3.2.2. Temperatura

La velocidad de disolución de oro aumenta con la temperatura, debido a mayor actividad y propagación de las especies que reaccionan, hasta máximo de 85°C, donde, por encima de esta temperatura, la disminución de la solubilidad del oxígeno es mayor que los beneficios del aumento del tenor de actividad y de difusión iónicos. Un aumento de la velocidad de disolución entre 20 a 25% se logra mediante incremento de temperatura desde 25°C a 85°C, ver la figura 4. (Perea Solano, 2016, p. 17)

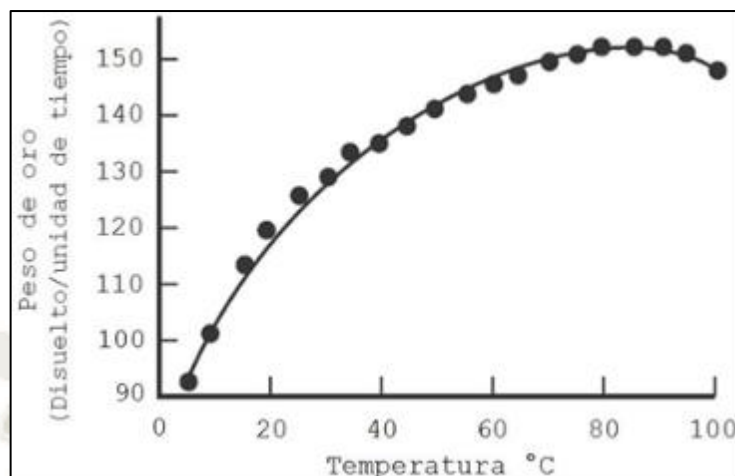


Figura 4
Efecto de la temperatura sobre la velocidad de disolución de oro con 0.25% de KCN en solución.

Fuente: Marsden & House, (2006).

1.3.2.3. Efecto del Eh y pH

El pH es muy resaltante para manejar el equilibrio de la reacción de disolución de cianuro, entre el cianuro libre y el ácido cianhídrico. Dicho equilibrio se obtiene en el rango de pH entre 10,5 – 11,5, en vista que en pH ácidos se forma ácido cianhídrico (HCN) el cual posee alta presión de vapor a temperatura ambiente, de fácil volatilidad a la superficie de las soluciones que ocasiona pérdidas considerables de cianuro en solución y genera problemas ambientales y salud debido a alta toxicidad. (Gaviria et al., 2007 como se citó en Perea Solano, 2016)

La figura 5, representa el diagrama de estabilidad Eh-pH para el sistema Au-CN⁻-H₂O, donde describe la fuerza de conducción electroquímica para la disolución, es decir, el potencial que representa la formación del complejo Au(CN)₂⁻ pero disminuye a pH entre 9 y 12. Algunas veces la cianuración a pH bajo sirve para reducir la velocidad de otras

reacciones secundarias indeseables, así la disolución de antimonio y arsénico asociados a la mena. (Perea Solano, 2016)

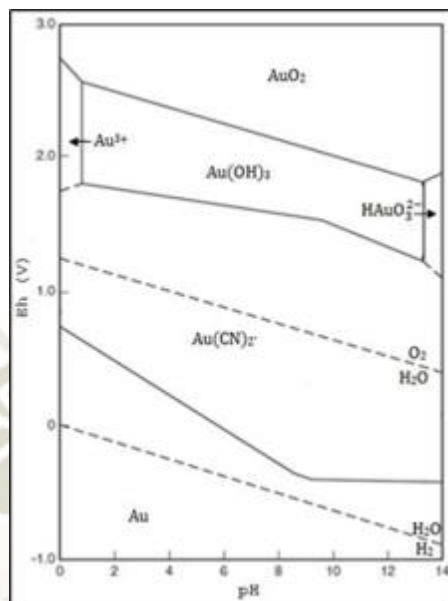


Figura 5
Diagrama de estabilidad Eh-pH para el sistema Au-CN-H₂O a 25°C, [Au]= 10⁻⁴ M, [CN]=10⁻³ M y PO₂ = PH₂ = 1 atm.

Fuente: Marsden & House, (2006)

1.3.2.4. Área superficial

Es un factor el tamaño de partícula, si es pequeña tiene mayor área superficial expuesta al cianuro, permitiendo así la reacción de disolución efectiva de oro e incrementa la velocidad, siendo mayor la liberación de oro y/o superficie de partículas de oro presente en el mineral debido a la física de rotura durante la molienda (Marsden & House, 2006). El oro libre próxima a la malla 325 ó 45 µm, requieren alrededor de 13 horas para disolverse, mientras que a malla 100 ó 150 µm, requieren de 44 horas, datos reportados por Barsky, donde demostró que la velocidad máxima de disolución es aproximadamente 3,36 µm/h, asumiendo el tamaño de oro como homogénea tridimensional. (Gaviria, et al., 2007)

1.3.2.5. Agitación

La velocidad de separación disolución tiene directa relación a la agitación hasta un máximo. Se puede disminuir al mínimo el espesor del estrato de difusión optimizando la velocidad de flujo de las partículas sólidas en la solución. Para los casos de lixiviación en suspensión esto se puede mediante la mezcla de sólidos y la solución con aire o por agitación mecánica. (Perea Solano, 2016)

1.3.2.6. Presencia de otros iones metálicos

La velocidad de disolución del oro es mucho mayor con aleación de cationes divalente como: trazas de Pb, Hg, Tl y Bi; quienes despolarizan las superficies del oro, al mismo tiempo puede prever el efecto de pasivación. Cabe aclarar, la presencia de iones metálicos no siempre es bueno, en algunos casos estos pueden intervenir en la selectividad del cianuro, aumentar el consumo de cianuro y disminuir la velocidad de disolución de oro, debido a que el reactivo también presenta alta afinidad por iones de cobre, hierro, arsénico, plata, antimonio y cinc. (Perea Solano, 2016)

1.3.2.7. Efecto de la alcalinidad sobre la disolución de oro

Las misiones del hidróxido de calcio en la cianuración son las siguientes:

- ✓ Evitar pérdidas de cianuro por hidrólisis.
- ✓ Evitar pérdidas de cianuro por acción del CO_2 en el aire.
- ✓ Descomponer los bicarbonatos en el agua antes de ser usados en cianuración.
- ✓ Neutralizar los compuestos ácidos como: sales ferrosas, férricas y sulfato de magnesio en el agua.
- ✓ Neutralizar los constituyentes ácidos en el mineral.

- ✓ Neutralizar los compuestos ácidos que resultan a partir de la descomposición de varios minerales en soluciones de cianuro.
- ✓ Ayudar a la sedimentación de partículas finas de mineral.
- ✓ Mejorar la separación de minerales conteniendo, telururos, los cuales se descomponen más rápidamente a mayores alcalinidades. (Misari, 2010)

1.3.3. Métodos alternativos

El uso del cianuro, tiene inconveniente para recuperar oro a partir de menas refractarias a parte de su toxicidad al medio ambiente. Por esto la comunidad científica investigó y desarrolló procesos hidrometalúrgicos alternativos para la disolución de metales preciosos, los cuales son: tiosulfato, tiourea, tiocianato, cloración, iodo y bromo entre otras alternativas que puedan competir con la cianuración en aspectos como costos, rendimiento y efectividad para disolver. (Avraamides, 1982 como se citó en Perea Solano, 2016). En esta oportunidad, solo se describe de Iodo y Bromo, porque relaciona las variables de interés de esta investigación.

Bromo y Iodo

Por primera vez uso el bromo, como lixivante de oro a partir de mineral fue Schaeffer (1882), quien patentó el proceso (Pesic y Sergent, 1993)

Los haluros de cloro-cloruro, como de bromo-bromuro, Iodo-Ioduro, y bromo-cloruro, son capaces de disolver el oro en forma rápida formando complejos estables, como se observa en las siguientes ecuaciones 1.10 y 1.11 ((Karrech y otros, 2018)).



Caso de bromo-bromuro se determinó a la disolución de oro está en función de la relación de este sistema y los minerales que acompañan al oro. Si existe presencia de sulfatos de cobre, cinc y aluminio no generan ningún efecto en la disolución, en cambio el Fe^{2+} y Mn^{2+} se oxidan y consumen bromo. Debido a esto y a problemas asociados con la alta presión de vapor y las reacciones corrosivas del bromo ha sido necesario evaluar oxidantes alternativos, tales como ion férrico, peróxido de hidrógeno y el hipoclorito de sodio. (Aylmore, 2005)

Los haluros son buenos oxidantes, además poseen velocidades de disolución mayores que cianuro y el oxígeno a condición estándar. Adicionalmente, tienen la capacidad de disolver muchos minerales de sulfuro y se ha implementado comercialmente a pequeña escala solución de bromo-cloruro para la lixiviación de oro contenido en minerales refractarios. La velocidad de disolución de oro en los sistemas de haluros es fuertemente dependiente de la concentración del solvente y el oxidante, también se puede aumentar significativamente esta velocidad a temperaturas entre 150°C a 180°C . (Perea Solano, 2016, p. 32)

En la figura 6, se observa al bromo, formando dos complejos estables de oro en solución acuosa, viendo las zonas de intersección entre los dominios de cada complejo con el agua en forma de Au (I) y Au (III), lo cual requiere menores condiciones de oxidantes y acidez.

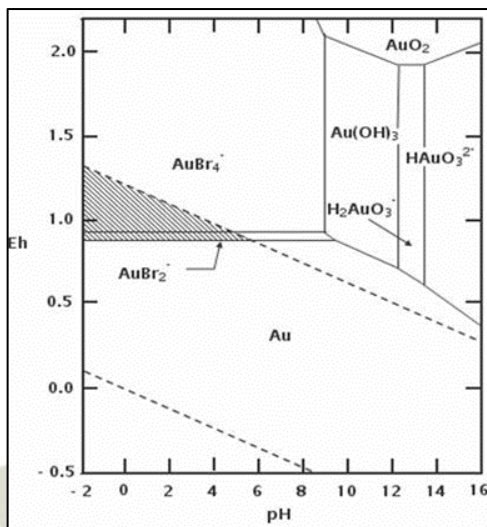


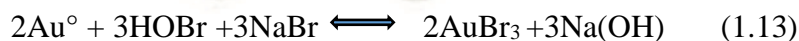
Figura 6
Diagrama de Pourbaix para el sistema Au-Br-H₂O a 25°C para [Au]=10⁻⁵ M y [Br]=10⁻² M.

Fuente: Hiskey y Atlury, (1988)

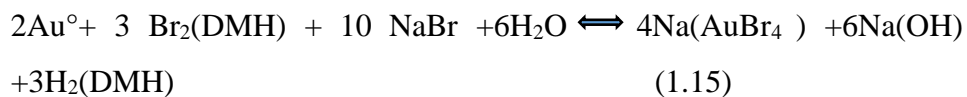
Según (R.G. Sargent; Randol, Gold Forum, pp.167-169, 1988 como se citó en Caravaca Moreno, 1993) que propone la disolución de oro en bromo de la siguiente manera:



Siendo DMH, un producto comercial que suministra bromo para que tenga lugar la reacción:



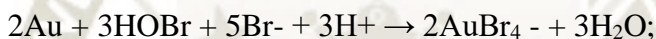
La reacción global se representa por:



La ventaja para usar el bromo es la alta disolución y la rápida separación, la no toxicidad y adaptabilidad en un amplio margen de valores de pH (Caravaca Moreno, 1993).

Por otro lado, otros estudiaron las características de la lixiviación con bromo en minerales refractarios de oro y han comparado estos resultados con los obtenidos con la cianuración convencional. Indicaron la alta velocidad de disolución, bajos costos de recuperación del proceso y una ventaja económica sobre la cianuración. Las dos desventajas que presentan son: alto consumo de reactivo (Br) y la interferencia en las técnicas de absorción atómica y cromatográficas (ICP). (Caravaca Moreno, 1993, p.25)

Hizo experimentos entre bromuro de sodio y GEOBRON 3400 (Br₂) (Dadgar A., 1989) según la reacción:



En la anterior reacción, el oro primero se oxida a Au³⁺ (oro III) por el HOBr (ácido hipobromoso), luego se estabiliza a **complejo** AuBr₄⁻ por la acción del ion bromuro. Las variables consideradas fueron: temperatura ambiente, pH de 4 a 6 y potenciales de oxidación entre 0.7 a 0.9 v, en un tiempo de 6 horas, el cual fue 8 veces menor que el tiempo de cianuración, llegó a recuperar 95%. (Ta y otros, 2014)

En Portugal Sousa et al., (2018), lixiviaron oro con los reactivos: 4.4 g NaBr, 30 mL NaOCl, 42 mL HCl y 28 mL H₂O; relación sólida/líquido de 1, temperatura de 95°C, a 450 rpm de agitación, pH de reacción natural (6.5) u un tiempo de 4 horas; logró la disolución de oro del 69%. La comparación entre lixiviación de bromo, cianuro, y tiosulfato para el mismo mineral indica que el bromo es una buena alternativa técnica para la lixiviación de este mineral de oro. (Sousa y otros, 2018)

Los pioneros en proponer el uso de soluciones de yoduro (I⁻) (agente oxidante) en lixiviar minerales auríferos fueron McGrew y Murphy (Qi y Hiskey, 1991).

Luego en el diagrama de Pourbaix para Au-I-H₂O, (fig. 7), se observa al yodo formando dos complejos con oro, viendo el número de oxidación tanto en AuI₄⁻ y AuI₂⁻, de tal modo el complejo de Au (I) apropiado para los potenciales redox típicos de soluciones yodadas, en las cuales las clases principales oxidantes son: I₂ y I₃⁻. (Karrech y otros, 2018)

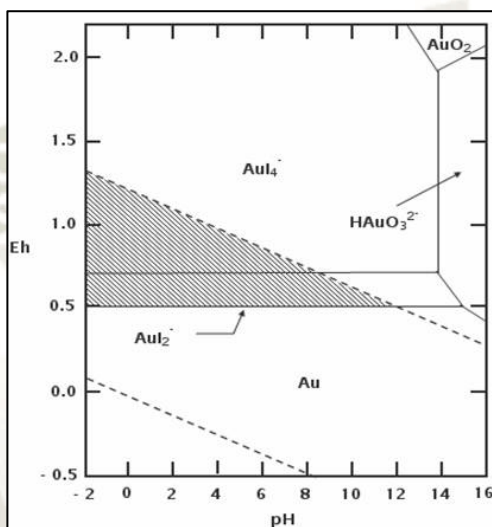


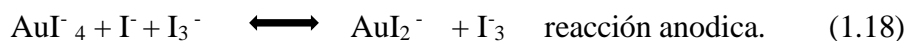
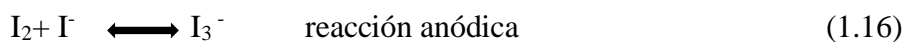
Figura 7

Diagrama de Pourbaix para el sistema Au-I-H₂O a 25°C para [Au]=10⁻⁵ M y [I]=10⁻² M.

Fuente: Hiskey y Atlury, (1988)

El yodo elemental es poco soluble en agua pura, pero su solubilidad incrementa al subir la cantidad de iones yoduro. Formando los siguientes iones: I₃⁻, I₄²⁻, I₅⁻ e I₆²⁻ p.13 (Karrech, et al., 2018, p.15)

Sagun estudios de Qi y Hiskey, (1991) y Davis et al., (1993), el oro tiene disipación en electrolito iodado siendo proceso electroquímico, que puede tener las ecuaciones siguientes:





Esta lixiviación otorga dos ventajas: bajo potencial de oxidación y buena estabilidad en solución acuosa, comparado con los otros halógenos. En mayor parte de trabajos orientan a comprender los mecanismos y la cinética de reacción para el proceso de disolución de oro, con la ayuda de la termodinámica y técnicas electroquímicas en las que se evalúa el efecto de diferentes condiciones como el pH, concentraciones del ion yoduro, temperatura y agentes oxidantes. Donde los experimentos fueron hechos a temperatura ambiente, por lo que los resultados concuerdan que el yodo elemental es mayor agente oxidante entre pH de 2.7-11.5, al compararse con teorías que actúan con el hipoclorito y peróxido de hidrogeno, siendo clave la relación yodo-yoduro. (Karrech y otros, 2018)

Dos estudiosos: Qi y Hiskey (1991), hicieron una comparación entre lixiviación con yoduro y cianuro, bajo las condiciones estudiadas, encontraron que la velocidad de disolución del oro fue de $2.6 \times 10^{-9} \text{ mol/cm}^2 \text{ s}$, la cual resultó ser muy similar, a la obtenida en experimentos de cianuración.

1.4. Obtención del oro

Se conoce desde hace 40 000 años a J.C. cuyas propiedades son: color amarillo, metal dúctil y maleable, tiene alta conductividad eléctrica y térmica, es noble de todos los elementos metálicos, donde posee buena estabilidad y resistencia a la corrosión. Resiste a los ácidos minerales, excepto al selénico. (Caravaca Moreno, 1993, p.2)

Se reconocen dos tipos de depósitos auríferos: vetas y placeres, afirma que existen varias clasificaciones y siete grupos siguientes: vetas de oro-cuarzo, depósitos epitermales, placeres jóvenes, placeres fósiles, depósitos con oro diseminado, menas de metales no ferrosos que poseen oro y agua del mar. (Yannopoulos, 1991, pp. 1,4)

Clasifican a las menas de oro orientadas a la extracción: 1) menas de oro nativo, en las cuales el metal precioso puede recogerse mediante separación por gravedad, amalgamación y/o cianuración. 2) oro asociado con sulfuros, donde el oro se puede

encontrar en forma de partículas libres o diseminados en los sulfuros. 3) teluros de oro, generalmente aparecen junto con oro nativo y sulfuros. 4) oro en otros minerales, con arsénico y/o antimonio, minerales con plomo y zinc y con materiales carbonáceos. Enfocan para obtener oro, dos grandes grupos de minerales de oro, los no refractarios y los refractarios. (Caravaca Moreno, 1993, p. 2)

Los minerales de oro refractarios son menas no oxidadas o parcialmente oxidadas que contienen materiales carbonáceos, sulfuros y/ o teluros. Donde puede distinguirse refractariedad química y física. La refractariedad química es rara, y estas son las tres condiciones. A) teluros de oro insolubles. B) Componentes de la mena que pueden reaccionar o descomponer con cianuro. C) Componentes que consumen oxígeno. (Prasad et al., 1991)

La refractariedad física de minerales de oro puede ser (Caravaca Moreno, 1993): a) Los que tienen oro unido o encapsulado (ocluido) a mena madre (roca madre), siendo ésta de carbón, pirita, arsenopirita o silicatos, b) Aquellos que contienen aleaciones de oro con antimonio o plomo, c) Oro revestido de mineral; estos estratos de mineral pueden ser óxidos de hierro, cloruro de plata, compuestos de manganeso, antimonio y plomo. Dichas películas se forman en el tratamiento de la mena, d) Aquellos que tienen materiales absorbentes, carbonatos y/o arcillas, los cuales retienen al oro y no dejan que pase a la disolución de lixiviación, y e) Oro que sufre descomposición de la matriz: sulfuros donde pueden descomponerse y forman otros; sulfuros como: tiosulfatos, arseniuros y compuestos de hierro que pueden consumir oxígeno; y Acido húmico que puede interaccionar con los complejos de oro.

1.5. Alfa-ciclodextrina (α -CD)

Las ciclodextrinas (CDs), son azúcares cíclicos naturales de seis (α -CDs), siete (β -CDs) u ocho (γ -CDs) unidades de glucosa, unidas por enlaces α (1-4), (fig. 8). Conocidas como cicloamilosa, ciclomaltosa o dextrinas de Sharding (Villiers, 1891; Eastburn y Tao, 1994). Resulta de la reacción de transglucosilación intramolecular en la degradación del

almidón, llevada a cabo por la enzima ciclodextrina glucanotransferasa (CGTasa) de *Bacillus macerans* (Szetjili, 1998).

Fue descubierta por A. Villiers (1891), donde obtuvo 3 g /kg de almidón después de la digestión por *Bacillus amylobacter*. Permaneció unas semanas en alcohol, luego observo cristales precipitados de CDs ($C_6H_{10}O_3 \cdot 3H_2O$). Schardinger Franz (1903), aisló dos cristales dextrina A y dextrina B. Este investigador en 1904, aisló nuevo microorganismo con capacidad de producción de acetona y alcohol etílico a partir de azúcar y vegetal con almidón (Eastburn y Tao, 1994).

Posteriormente, en 1911, describió que dicho microorganismo (*Bacillus macerans*) produjo altas cifras de dextrinas del almidón (25-30%), él las nombro como dextrina cristalina α y dextrina cristalina β .

Más tarde, en 1942, observó la estructura de α y β CDs por cristalografía de rayos X.

Luego en 1948, dilucidaron, la estructura de γ CDs por rayos X, y reconocimiento de formar complejos de inclusión (fig. 9). Determinaron a las ciclodextrinas su estructura troncocónica (fig.10), debido a la forma de las unidades de glucopiranosas; orientados hacia la boca ancha de la estructura troncocónica allí están los - OH secundarios de carbonos C-2 y C-3 de cada unidad de glucosa y hacia la boca estrecha allí están los - OH primarios de los C-6, quedando los grupos $-CH_2OH$ orientados hacia la superficie externa de cono.

Los hidrógenos de los carbonos de mayor apolar de azúcares (C-3 y C-5) y el oxígeno de los enlaces glucosídicos entre las unidades de glucosa, están orientados hacia el interior de la estructura troncocónica (fig. 11).

La orientación específica de estos grupos dio lugar a la molécula cuya superficie externa es hidrofílica, por lo que es soluble en agua y cuya cavidad interna es hidrofóbica. (Szejtli, 1982 como se citó Mercader Ros, 2010, p.69).

La historia de la ciencia de ciclodextrinas se presenta en la tabla 6 (Vásquez Gonzales, 2021, p.16).

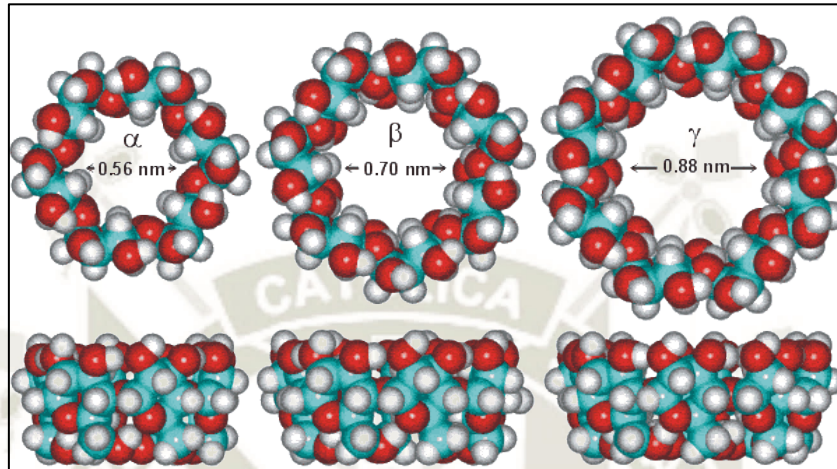


Figura 8
Ciclodextrinas, oligosacáridos cíclicos con un tamaño de anillo definido, moléculas de glucosa unidas por enlaces α -1-4-glucosídicos.

Fuente: Serra Massana, (2016)

Tabla 6

Sucesos históricos en la ciencia de las ciclodextrinas.

Periodo Histórico	Investigador	Evento o Logro
1891	A. Villiers	Descubrió α y β ciclodextrinas; pionero en estudiar su composición y propiedades químicas
1903-1911	F. Schardinger	Aislamiento de la bacteria responsable de la síntesis de CDs; primeros intentos de distinguir las diferentes CDs
30's		Unidades de maltosa unidos vía puentes α -1,4-glicosídicos son encontrados formando bloques para la molécula de CD; primer aislamiento de CDs puras
35'	K. Freudenberg	γ CD es descubierta
36'		La estructura cíclica de la CD es revelada
40's	F. Cramer	La idea de la formación de complejos de inclusión es sugerida
48'	K. Freudenberg W. Borchert	La estructura de la γ CD es aclarada Estructuras de α , β y γ CD es determinada por difracción de rayos X
50's	D. French F. Cramer K. Freudenberg	Descubrimiento de CDs con anillos grandes Estudio de las propiedades de complejos de inclusión
53'	F. Cramer H.Plieninger	Primera patente de las ciclodextrinas
57'	D. French	Primera revisión básica de CDs conteniendo información errónea sobre la toxicidad de la BCD
65'	T. Higuchi K. Connors	Desarrollo de un modelo matemático que describe el mecanismo de los complejos de inclusión
75'	M. Furue	Primera publicación sobre polímeros de CD
76'	Ono Pharmaceutical Co.	Lanzamiento del primer medicamento, prostarmon E, de CD
80's	U. Brauns B. Müller J. Pitha J. Szejtli	Comienzo de las aplicaciones industriales de CDs en alimentos y cosméticos La HPBCD es patentada en Europa y los Estados Unidos
81'	J. Szejtli	El Primer Simposio Internacional sobre Ciclodextrinas es organizado; el primer libro sobre ciclodextrinas es publicado
83'	K. Miyajima	Primera sugerencia de auto-asociación de CD progenitores
91'	V. Stella R. Rajewski	La "sulfobutil éter-beta-ciclodextrina" es patentada
90's	A. Harada M. Kamachi T. Loftsson	Intensiva actividad de investigación sobre catenanos y rotaxanos de CD
00's	G. Gonzalez-Gaitiano A. Coleman L. Szente A. Wu M. Bonini	Intensivas actividades de investigación sobre agregación de CD

Fuente: Vásquez Gonzales, (2021)

Para resaltar la molécula alfa ciclodextrina (α -CD), es como un tipo de azúcar, agente aislante de oro, que permite disponer de un método alternativo amigable con el medio ambiente en el campo de la minería, en la lixiviación de minerales auríferos. Puede reemplazar al cianuro de sodio, el descubrimiento fue en la Universidad Noreste de Illinois; este autor, mezcló el contenido de uno de desechos electrónicos y la otra solución de HBr, HNO_3 en dos tubos de ensayo, uno con alfa-ciclodextrina, luego observo de manera inesperada, minúsculas agujas formadas rápidamente en la mezcla. La alfa-ciclodextrina, es un compuesto macrocíclico, de una familia de oligosacáridos cíclicos naturales, constituidos por 6, 7, u 8 unidades de glucosa unidas por enlaces glucosídicos que se denominan α -, β - y γ -ciclo dextrinas, respectivamente. Por lo que, las α -ciclodextrinas son moléculas muy simples ya que solo se trata de diferentes moléculas de glucosa unidas por enlaces α -1-4-glucosídicos, figura 9. (Liu y otros, 2013)

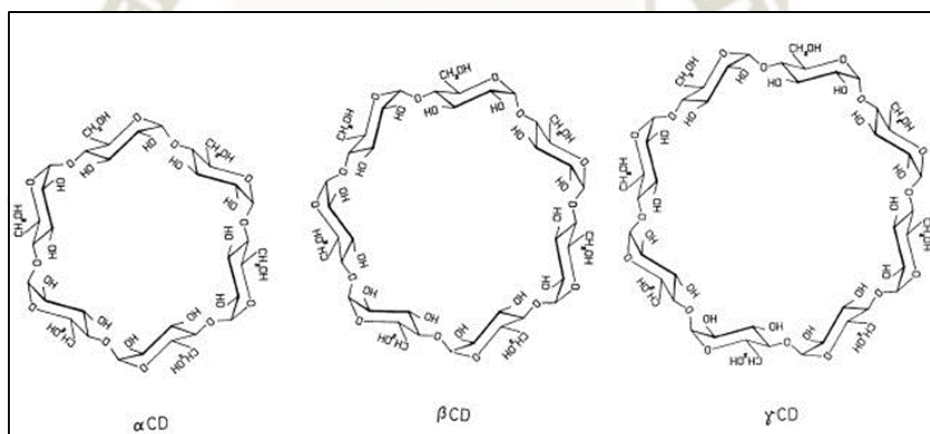


Figura 9
Estructura química del alfa, beta y gama ciclodextrinas.

Fuente: Serra Massana, (2016)

1.5.1. Complejos anfitrión huésped

“La cavidad interior de ciclodextrinas es hidrófoba, por lo que estos compuestos son capaces de albergar moléculas hidrófobas más pequeñas para formar complejos anfitrión-huésped en los que la molécula huésped queda encapsulada por la alfa ciclodextrina” figuras 10 y 11 (Salcedo Laura, 2015, p. 61).

Según Vásquez Gonzales (2021): son lipofílicas en su interior, lo cual pueden alojar moléculas huésped tales como aceites, ceras y grasas. Su habilidad para formar complejos hospedero-huésped es vital para estabilizar y solubilizar compuestos hidrofóbicos en solventes. P.17.

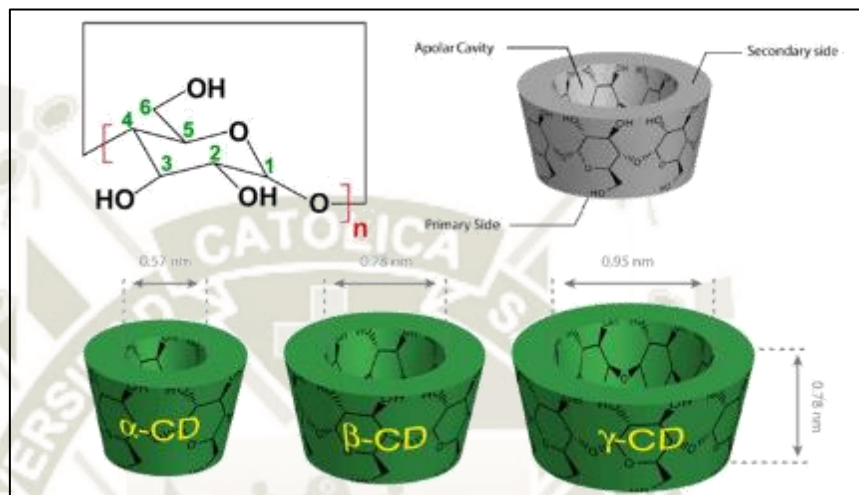


Figura 10
Esquema estructural y dimensiones de las α - ($n=6$), β - ($n=7$) y γ -CDs ($n=8$) [16].
Fuente: Serra Massana, (2016)

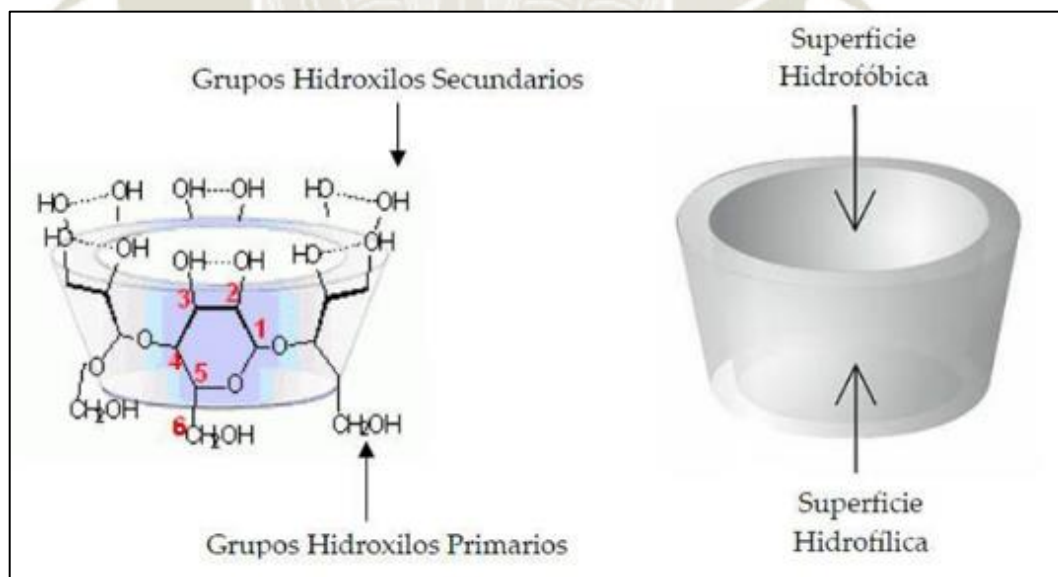


Figura 11
Disposición de los hidroxilos primarios y secundarios en las CDs.

Fuente: Serra Massana (2016)

La estructura y propiedades de las ciclodextrinas (CDs) (naturales), se les asigna un prefijo (una letra griega) que indica el número de residuos de glucosa en el anillo. Los tres tipos de CDs naturales, tienen una estructura similar (Como la longitud de sus uniones y su orientación) pero difieren en el tamaño del anillo (Ver figura 12) y en sus propiedades fisicoquímicas (Tabla 7). Estas formas naturales de ciclo-dextrinas (CDs) son cristalinas, no higroscópicas y homogéneas. (Ponce Cevallos, 2013)

Tabla 7
Propiedades físicas y químicas de las CDs naturales: α -ciclodextrina, β -ciclodextrina y γ -ciclodextrina (adaptado de Connors, 1997).

	α -CD	β -CD	γ -CD
Unidades de glucosa	6	7	8
Diámetro interno (nm)	0.47-0.53	0.60-0.65	0.75-0.83
Profundidad de cavidad (nm)	0.79	0.79	0.79
pK, valor	12.3	12.2	12.1
Solubilidad en agua*	145	18.5	232
PM(DA)	972	1135	1297
Volumen de cavidad (nm ³ aprox.)**	174	262	427
Agua cristalina (%w/w)	10.2	13.2-4.5	8.13-17.7
Interacción hidrofóbica	CD-cavidad	CD-cavidad	CD-cavidad
Puente de Hidrógeno	Glucosa-OH	Glucosa-OH	Glucosa-OH
ΔH° (solución), Kcal/mol	7.67	8.31	7.73
ΔS° (solución), cal/(mol K)	13.8	11.7	14.7

Fuente: Ponce Cevallos, (2013)

* (mg mml⁻¹, 25 °Ck ** (10⁴ nm³))

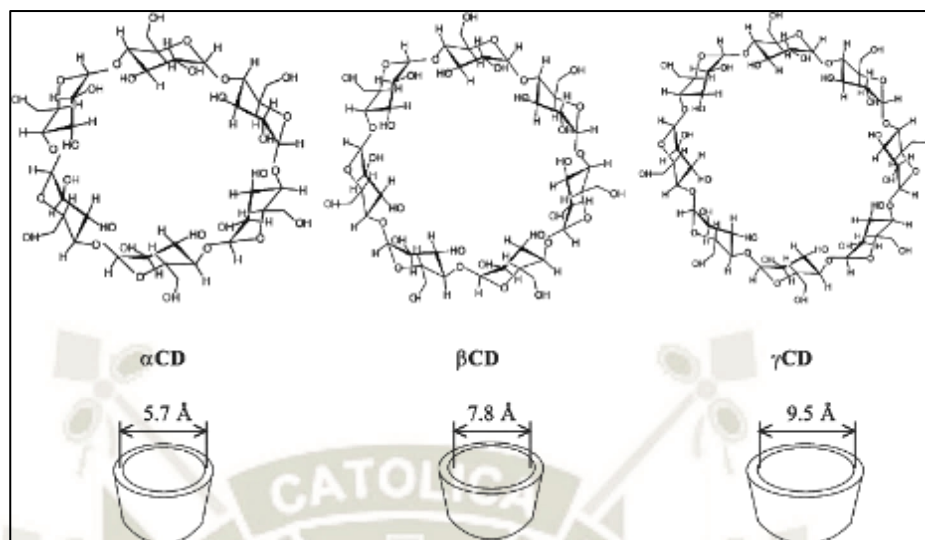


Figura 12
Diámetros de α , β , y γ ciclodextrinas, vista planta y perfil.

Fuente: Ponce Cevallos, (2013)

1.5.2. Propiedades físicas y químicas de alfa ciclodextrina

- a. **Solubilidad**, es debido a la ubicación de los grupos hidroxilos (hidrófilo) libres de cada unidad glucosa. El átomo de oxígeno del grupo hidroxilo de una unidad glucopiranosica forma un enlace por puente de hidrogeno con el protón del grupo hidroxilo de la unidad adyacente (fig. 11). Para β -ciclodextrina los siete enlaces por puente de hidrogeno forman un cinturón en la cara secundaria con geometría y estructura rígida, estable y difícil de solvatar, lo que demuestra menor solubilidad en agua. En α -CD, el cinturón se encuentra distorsionado por razones geométricas lo que hace de mayor debilidad de los enlaces de hidrogeno que lo forman, por tanto, son fáciles de solvatar, incrementando la solubilidad (14.5g/100 mL a 25°C) en agua respecto al β -CD. Las α -CD, son solubles en agua y en disolventes polares aproticos como el dimetilsulfóxido (DMSO) y dimetilformamida (DMF) e insolubles en la mayor parte con solventes orgánicos como alcoholes y acetona. (Salcedo Laura, 2015, p.63)

- b. **Estabilidad térmica:** son muy estables al calor. La temperatura de descomposición esta entre 250-260°C (Salcedo Laura, 2015, p.63).
- c. **Diámetro de la cavidad interna:** como se observa en la figura .12, es de 5.7 Å (0.57 nm) (Salcedo Laura, 2015, p. 63).

1.5.3. Usos y aplicaciones de α -CD

Estos compuestos sostenibles se han utilizado durante siglos en las industrias farmacéutica, cosmética, alimentaria y textil (Bilensoy E., 2011 y Crini G., 2014 como se citó en Vásquez Gonzales, 2021, p.15).

Hoy en día no se puede imaginar el mundo sin la presencia de las ciclodextrinas. Eventualmente, todos usarán en su vida un producto que contenga estas moléculas, tales como productos alimenticios convencionales, cantidad cada vez mayor de productos cosméticos, textiles y diferentes productos médicos como componentes invisibles. (Kurkov & Loftsson, 2013 como se citó en Vásquez Gonzales, 2021, p.15)

- a. **Industria alimentaria:** se aplica en emulsiones con α -CD, quienes permanecen estables a altas temperaturas, lo cual hace idóneo para alimentos como salsas para ensaladas, mayonesas, cremas dulces y margarina. Estos estabilizan en forma permanente las emulsiones en aceite en agua: el lado interior en forma de anillo es lipofílico (afinidad a la grasa, aceites y ceras), mientras que el exterior hidrofílico (afinidad al agua), los grupos de ácidos grasos pueden hospedarse en el interior de α -CD, para formar estructura tensioactiva similar al emulsionante. (Salcedo Laura, 2015, p. 65)
- b. **Industria farmacéutica:** aloja a distintos compuestos bioactivos que se emplean como fármacos, posee efectividad para combatir determinadas enfermedades: para alzhéimer y Niemann - Pick (colesterol en el cerebro) (Salcedo Laura, 2015, p.66).

- c. **Cosmética y aseo personal:** elimina los olores formados en la degradación microbiana del sudor, incorporándose en desodorantes en barra. Retinol, que previene el envejecimiento, porque las CDs protegen de los rayos ultravioleta (Salcedo Laura, 2015, p.67).
- d. **Industria textil:** la unión química o adsorción de las ciclodextrinas a las fibras sintéticas, abre nueva forma para preparar materiales textiles perfumados con una liberación lenta del perfume. También en coloración de plásticos, tñido homogéneo de fibras sintéticas o fibras con propiedades insecticidas. (Salcedo Laura, 2015, p. 67)
- e. **Purificación de aguas:** aunque asociados a polímeros, vienen usando las α -CDs para purificación de aguas (Salcedo Laura, 2015, p. 67).

1.5.4. Manejo y almacenamiento del alfa ciclodextrina

En este sentido manifiesta que deben disponer medidas de protección para los operadores del producto, poner atención en el momento de empaclar y manipular para evitar daños y fugas, retener la producción del polvo para los operadores no inhalen excesivamente. En el proceso de producción puede generar polvo, por lo tanto, se debe hacer el trabajo relacionado con equipo de protección personal y un plan integral del control de ventilación. (Salcedo Laura, 2015, p.86)

Almacenamiento: el producto es fuertemente estable, generalmente no tiene exigencia estricta sobre la condición del almacenamiento, se puede almacenar según las condiciones normales, mantenga la zona de almacenamiento seca, ventilada y alejada de cualquier producto alimenticio y sustancia que puede reaccionar con el producto. (Salcedo L. 2015, p.86)

1.5.5. Control y protección personal para manipulación

Control de ventilación e ingeniería: Cuando el producto está en el procesamiento se debe mantener buena ventilación.

Protección respiratoria: No hay necesidad de protección respiratoria si el tiempo del contacto con el producto es corto. Usar la máscara contra el polvo cuando por

mucho tiempo aplica el producto o en el procesamiento. Protección corporal: Es necesaria la ropa a prueba del polvo.

Guantes protectores: Puede usar guantes largos de caucho.

Protección de los ojos: Use gafas protectoras. No es necesario aplicar la protección de los ojos si el uso o el contacto con el producto es por poco tiempo o de poca cantidad. Es necesario usar gafas protectoras si el procesamiento es de tiempo largo o de una cantidad masiva. (Salcedo L. 2015, p.87)

1.5.6. Medidas contra vertido accidental

Pequeñas fugas: al producirse, se debe limpiar la sustancia directamente al recipiente de tratamiento. Para derrames y fugas importantes: el área de la fuga debe ser aislada, el acceso es restringido para evitar la contaminación, se recicla el material fugado no contaminado al recipiente respectivo; los personales de reciclaje deben usar ropa de protección contra el polvo, guantes protectores y máscaras contra el polvo, y limpiar el material contaminado al recipiente de tratamiento dependiendo de la situación.

1.5.7. Medidas de primeros auxilios

Inhalación: Si se produce un malestar, alejarse de inmediato a un lugar aireado y fresco y mantener la permeabilidad de la vía respiratoria, se debe dar oxígeno si tiene dificultad para respirar, si se paraliza la respiración inmediatamente se debe aplicar respiración artificial y solicitar servicio médico.

Contacto con la piel: limpiar a fondo con agua corriente y jabón.

Contacto con los ojos: retirar lentes de contacto si los hubiera, levantar los párpados superiores e inferiores, lavar inmediatamente con abundante agua durante varios minutos si la situación no mejora consulte inmediatamente al médico.

1.5.8. Medidas contra incendios

Información general: en cualquier incendio, los bomberos deben usar agua pulverizada, espuma resistente al alcohol, polvo seco o dióxido de carbono.

Aparatos de respiración autónoma y ropa protectora para evitar la inhalación de los gases tóxicos y nocivos generados por la combustión de la descomposición o alta temperatura y debe proteger los extintores a fin de evitar posible explosión cuando el recipiente se caliente.

Medios para extinguir el fuego: agua y extintor.

Punto de inflamación. No aplica

Temperatura de auto ignición: no aplicable

Riesgo de incendio y peligro: ninguno

Riesgo de incendio anormal o explosión: ninguno. (Salcedo Laura, 2015, p.70)

1.5.9. Información toxicología

Información sobre los efectos toxicológicos: Toxicidad aguda: Dosis letal media (DL50) rata mayor a 10 000 mg/kg.

Corrosión o irritación cutánea, piel de conejo: no

Lesiones o irritación ocular graves; ojos de conejo, si irrita

Sensibilización respiratoria o cutánea: pruebas al conejillo de indias, negativo

Mutagenicidad en células germinales, ensayo de células de mamífero, negativo

Carcinogenicidad: Según la Agencia Internacional para la investigación del Cáncer (IARC), no se identifica ningún componente de este producto, que presente niveles mayores que o igual a 0,1% como agente carcinógeno humano probable, posible o confirmado. (Sigma-Aldrich, 2016, p.6).

Según, Ndlovu (2017), sostiene dentro de la evolución del procesamiento de oro existen:

- 1) Tecnologías pasadas como: amalgamación y lavado o bateas
- 2) Tecnologías corrientes: lixiviación con cianuro, refractarios, bio-oxidación, reactivos de lixiviación alternativos.
- 3) Tecnologías emergentes y futuro: líquidos iónicos, lixiviación ultrasónica, derivados del maíz (α -CD) (maicena). La figura 13 indica pretratamiento y lixiviación.

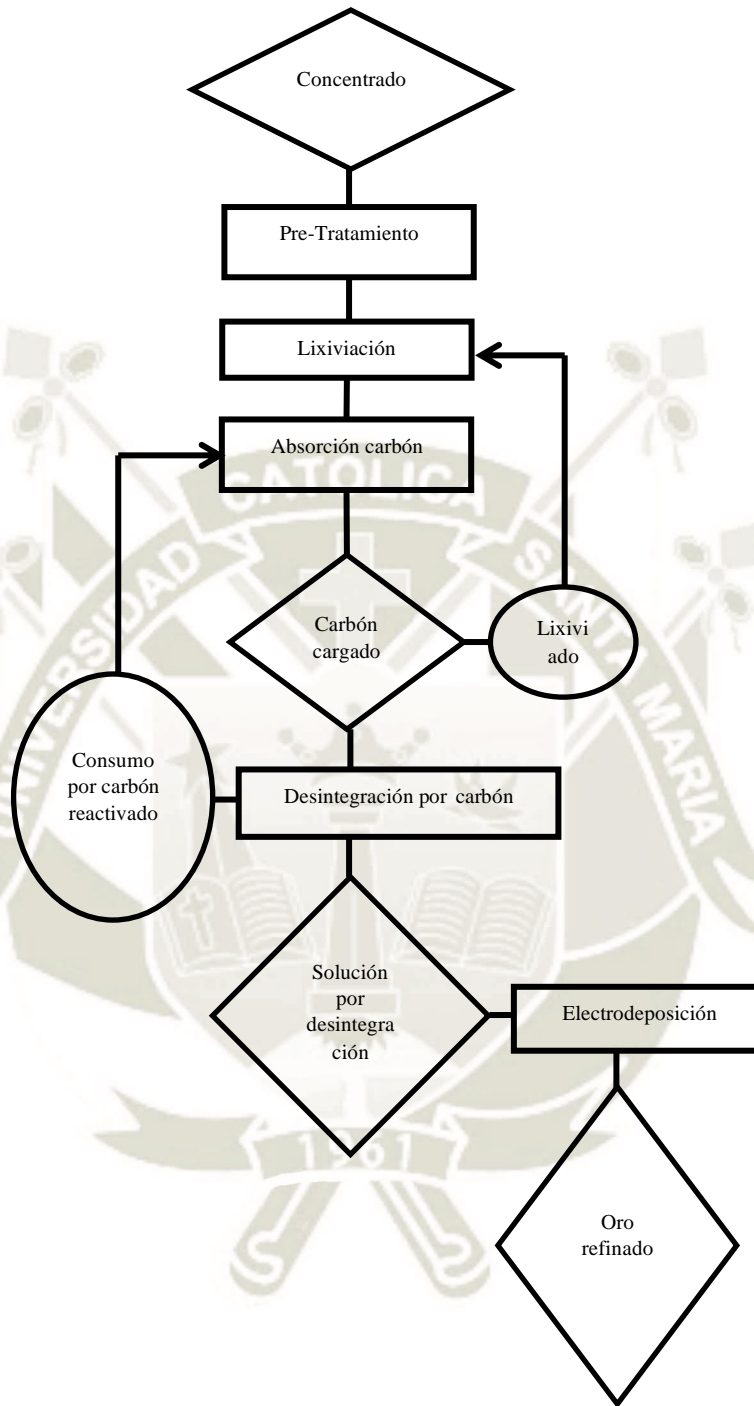


Figura 13
Proceso de lixiviación de oro con cianuración.

Fuente: Ndlovu, (2017)

1.6. Análisis de antecedentes investigativos

En esta sección se describe varias investigaciones que han tratado algunas de las variables de la presente investigación en forma independiente en otras muestras y realidades distintas, en vista que aun, no se encuentran investigaciones que han estudiado específicamente las variables de este estudio ni tampoco han considerado los relaves y lixiviación con alfa ciclodextrina.

Para, Lars et al., (2007), realizado en la aldea minera de oro de Filipinas, donde compara cuatro métodos para la recuperación de oro: amalgamación con Hg, cianuración, esclusas de oro limpio o rifles y vibración de esclusas o compuertas. Los resultados muestran una combinación de paneo manual o esclusas de oro limpio, esclusas seguidas de cianuración es la mejor solución en las condiciones actuales; seguido por solo cianuración.

Entre los trabajos con Alfa Ciclodextrina (ACD) para recuperación de oro, tenemos: Varios investigadores, que encontraron el aislamiento del oro facilitado por coordinación de la segunda esfera de α -CD. Donde observó el auto - ensamblaje espontáneo de una dimensión supramolecular de un complejo extendido $\{ [K (OH_2)_6] [AuBr_4] \subseteq \text{alfa-ciclodextrina} \}_2 \}_n$, con una superestructura de la cadena formada durante la coprecipitación rápida de alfa-ciclodextrina y $(KAuBr_4)$ en agua. (Nepogodiev, S.A., et al., 1976) (Ver figura 14)

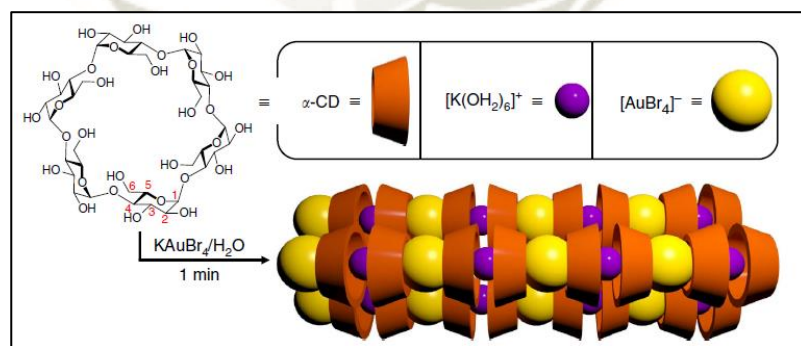


Figura 14

Representación esquemática del auto ensamblaje espontáneo de α -CD y Br en mezcla en agua ($KAuBr_4$ y α -DC). Formación de la superestructura unido por cadena de Hidrogeno en menos de 1 minuto. Cristales visibles.

Fuente: Liu et al., (2013)

La reacción de KAuBr_4 y α -CD en solución de aducción de 1:2, forma espontáneamente una superestructura lineal unida a hidrógeno en menos de un minuto; las cavidades de los alfa-ciclodextrina (α -CD) orientadas de cabeza a cabeza, cola a cola tienen un canal continuo, que se llena con una cadena poli-iónica alterna $[\text{K}(\text{OH}_2)_6]^+$ y $[\text{AuBr}_4]^-$ lo que genera dicha cadena. Cuando agrego una solución acuosa (20 mM, 1 ml) de KAuX_4 , (X $\frac{1}{4}$ Cl o Br) a una solución acuosa (26,7 mM, 1,5 ml) de α -, β - o γ -CD, a temperatura ambiente; se forma una suspensión de color marrón pálido brillante, exclusivamente a partir de la combinación de KAuBr_4 y α -CD en 1–2 minutos. (Lawrence, D.S. et al., 1995) (Ver figura 15)

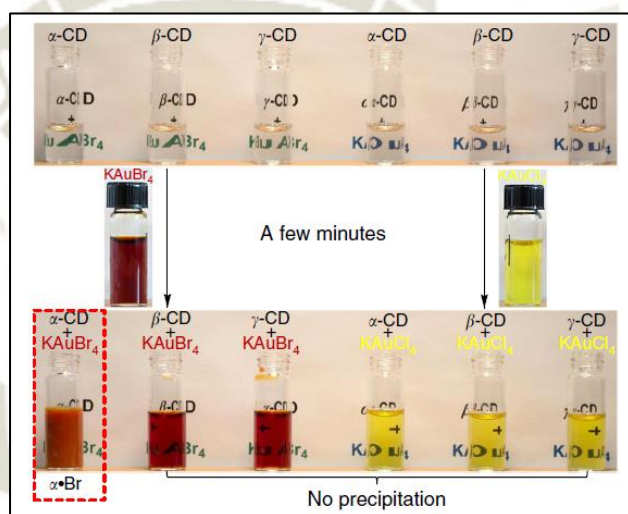


Figura 15
Formación y co – precipitación de a.Br de KAuBr4 y a.CD.

Fuente: Liu et al., (2013)

En esta suspensión (nano estructura) observaron cristales de agujas largos a través de microscopio electrónico de barrido (SEM) previamente secado al aire, por TEM, difracción electrónica seleccionada (SAED) ver figura 16 a-c (Desiraju, G.R., 1995).

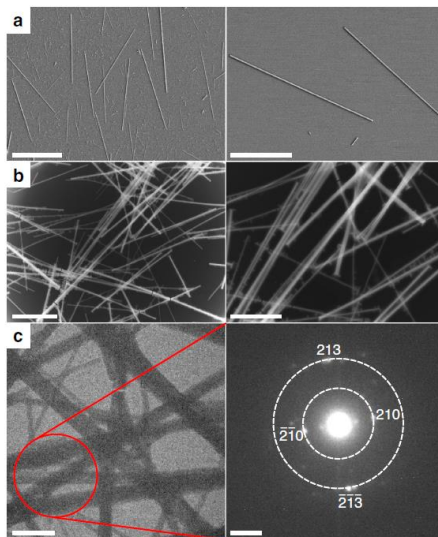


Figura 16
Morfología de las nano estructuras de α .Br.

Fuente: Liu et al., (2013)

De similar forma la cocrystalización por difusión lenta de vapor de PrOH de dicha solución acuosa diluida de KAuBr_4 y α -CD proporcionò cristales simples de α .Br, que fueron adecuadas a la cristalografía de rayos X, y se observa en la siguiente figura 17 a-d (Meijer, E.W. & Sijbesma, R.P., 2001).

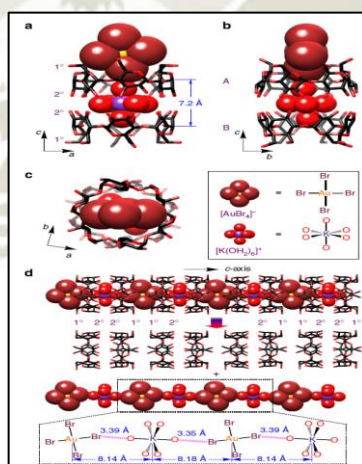


Figura 17
La estructura tiene la fórmula $[\text{K}(\text{OH}_2)_6][\text{AuBr}_4]\langle(\alpha - \text{CD})_2\rangle_n$

Fuente: Liu et al., (2013)

Finalmente, el aislamiento selectivo de oro a partir de materias primas que contienen oro, la co-precipitación de α -Br entre α -CD y KAuBr_4 investigaron la alta selectividad de α -CD en anillos hacia la trampa $[\text{AuBr}_4]^-$ anión. También es efectivo la presencia de otros metales complejos nobles como paladio y cloro $[\text{PtX}_4]^{2-}$ y $[\text{PdX}_4]^{2-}$ ($\text{X} = \text{Br}, \text{Cl}$). En un intento por obtener una estimación de la eficiencia de separación α -CD (0,2 mmol x2) se agregó por separado a dos mezclas: i) una solución (3 ml) conteniendo KAuBr_4 (33 mM), K_2PtBr_4 (26 mM saturado) y K_2PdBr_4 (33mM) (mezcla 1). Y también a ii) otra solución (3 ml) de KAuBr_4 (33 mM), K_2PtCl_4 (24 mM saturado) y K_2PdCl_4 (33 mM) (mezcla 2) respectivamente. Se formó un precipitado marrón pálido en ambas soluciones inmediatamente después de la adición de alfa ciclodextrina. Ambos precipitados fueron filtrados y los filtrados diluyeron y sometieron a un análisis elemental de plasma acoplado inductivamente y espectroscopia de emisión óptica (ICP-OES) para determinar las cantidades residuales de Au, Pt y Pd que quedan en el licor madre. Los porcentajes de separación para Au, Pt y Pd en ambas mezclas los definieron comparando los contenidos de Au, Pt y Pd en las dos mezclas antes y después de la adición de un α -CD. Los resultados del análisis ICP-OES muestran (figura 18) que el 78,3% de Au en la Mezcla 1 (color rojo) y el 77,8% de Au (color azul) en la Mezcla 2 de separaron de la solución, mientras que el menor de 3% de Pt y Pd eliminaron de ambas mezclas, valores que están dentro del límite de error del experimento. (Liu et al., 2013, p.6)

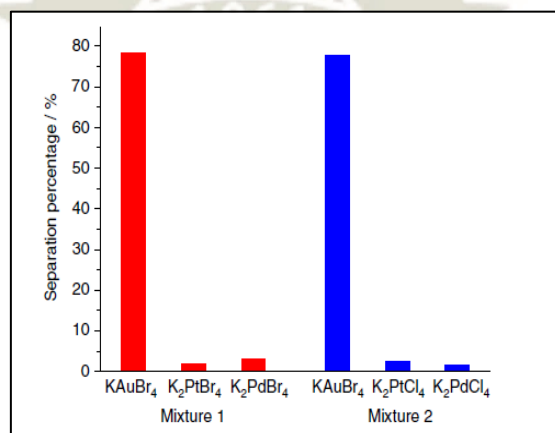


Figura 18
Precipitación selectiva y separación de oro.

Fuente: Liu et al., (2013)

Para incidir en las variables de recuperación de oro con ala ciclodextrina, es fundamental, lo siguiente: En la Universidad de Sheridan Evanston, Illinois Chicago USA, (Liu et al., 2013), trabajaron con dos aleaciones de oro rojo y amarillo: (58% en peso de Au y 42% en peso de Cu y Ag, % en peso Cu>Ag) y (58% en peso de Au, y 42% en peso de Cu, Zn y Ag; % en peso Ag>Cu>Zn) respectivamente. En la chatarra de aleación de oro rojo, recuperaron el 89% y un 97% pureza según ICP-OES. Por otro lado, en la chatarra de aleación de oro amarillo, recuperaron el 92 % y una pureza del 95 % por ICP-OES.

Como Protocolo encontrado describo a continuación: Empleó 250 mg de materia prima aurífera (chatarra electrónica), disolvió en una mezcla 4 mL de HBr concentrado y HNO₃ (3/1, V/V). En seguida neutralizó con KOH a pH entre 4 a 6. Luego filtro para eliminar el bromuro de plata. Después añade a la solución α -CD (1,48 mmol, 1,44 g), inmediatamente observaron la coprecipitación de α .Br, es decir oro recuperado, donde separaron oro por filtración. El estado sólido de α .Br se dispersaron en agua, luego redujeron con metabisulfito de sodio (Na₂S₂O₅) (300 mg), para dar el metal de oro recuperado como un precipitado. Por último, el oro recuperado se recolectó por decantación de la solución. (Liu et al., 2013, p.6)

Cabe destacar la siguiente investigación que usó α -CD, como lixivante, para recuperar oro de minerales naturales auríferos procedentes de Caraveli, inicio con 11,9 g Au/t como ley de cabeza y procesó como prueba de laboratorio. La determinación de parámetros de lixiviación fueron en cuatro frascos ámbar tipo reactivo, cuyas pruebas metalúrgicas fueron de 500 g de mineral a 80% -200m, a diferentes concentraciones del lixivante α -CD, con una dilución de 2 a 1, durante 48 horas en agitación mecánica; obteniendo la solución rica (alcalina) y relaves, que posteriormente fueron analizados. La prueba 1, con una concentración de solución lixivante de 300 ppm, obtuvo una recuperación del oro de 85%; prueba 2, con una concentración de solución lixivante de 500 ppm, obtuvo recuperación del oro en 88%; la prueba 3, con una concentración de solución lixivante de 750 ppm, obtuvo la recuperación del oro de 79.63% y la prueba 4, con concentración de solución lixivante de 1000 ppm, donde recuperó oro el 77%, logrando la mayor recuperación en concentración de 500 ppm de α -CD, de 88%. En prueba piloto por método de pozas de lixiviación, recuperó el 82,5% con una

dosificación lixivante de 500 ppm de α -CD, empleando 50 t de mineral seco. Comparó con el cianuro de sodio, siendo similar la recuperación, sin embargo, fue favorable el α -CD por ser compatible con el medio ambiente. (Salcedo Laura, 2015)

Posteriormente, se hizo búsqueda de literatura, lo que se muestra en la siguiente tabla 8.

Tabla 8
Comparación de rangos de operación del ACD y Cianuro en mineral y relaves auríferos.

Fuente	Dosis ACD	Tipo material	Eficiencia %	Mineral separado	rpm	granulometría	pH 11-12
(Salcedo Laura, 2015)	300, 500, 750 y 1000 ppm	Mineral fresco de oro	85 88 79 77	Au	--	Malla -200, (0,074 mm), (70,3 %, distribución	básico
(Liu y otros, 2013)	(0,2 mmol x2): 1) (3 ml) = 583 ppm 2) conteniendo KAuBr ₄ (33 mM), K ₂ PtBr ₄ (26 mM saturado) y K ₂ PdBr ₄ (33mM). 3) (3 ml) de KAuBr ₄ (33 mM), K ₂ PtCl ₄ (24 mM saturado) y K ₂ PdCl ₄ (33 mM).	Materias primas de oro	78 y 77	Au	--	Nano-partículas	acido
(Romero & Flores, 2010)	Cianuro: 2 g/L 2000 ppm	relave	90 y 95.7%, en 2 hr.	Au y Ag	300- 550	m-200, 100%	11.3

Cianuro:					
(Figueredo	Conc. 0,5, 1 y 2 g/L	Mejor: 1		--200, 70, 80, y	
Frías y	500 ppm	Mena Qz	g/L. 95 %, Au y Ag	90 %	11
otros,	1000 ppm		en 12 hr.		
2015)	2000 ppm				

Fuente: elaboración propia, (2022)

Según, Pati et al. (2016), afirma, las aplicaciones a escala comercial de la nanotecnología van en aumento rápidamente. Para que la nanotecnología sea más sostenible, es esencial desarrollar estrategias para recuperar estos valores de alto valor, recurso limitado de materiales. Para abordar este tema complejo, desarrollaron métodos a escala de laboratorio para la recuperación del oro de los nanos residuos. Para tal fin, la α -CD facilitó la formación de complejos de inclusión huésped-huésped que involucra la coordinación de la segunda esfera de $[\text{AuBr}_4]^-$ y $[\text{K}(\text{OH}_2)_6]^+$ que fue utilizado para la recuperación de oro y el oro remanente luego es utilizado para producir nuevas nano partículas. Cuantificaron los impactos ambientales de este proceso de reciclaje de oro, seguidamente sus evaluaciones del ciclo de vida para comparar los escenarios de producción de oro en nano partículas con y sin reciclaje. Los resultados indican la recuperación y el reciclaje de oro de los residuos electrónicos que pueden reducir significativamente los impactos ambientales de las síntesis de nano partículas de oro.

Otra investigación que uso mineral aurífero natural de oro y α -CD fue Anthony et al. (2020), procedente de mina Shanono estado de Kano (Nigeria). Analizaron el mineral por ensayo a fuego, obtuvo 4,71 ppm de oro. Para ello usaron reactivos como ácidos bromhídrico y nítrico de grado analítico, agua destilada (soluciones madre), hidróxido de potasio, metabisulfito de sodio y alfa- ciclodextrina. Tuvo la muestra de 3 kg de mineral fue molida a 80% pasando 75 μm (malla); esto concentraron por gravedad luego recogieron 500 g; este concentrado en seguida se destinó al proceso de flotación para super-concentrar y cosecharon 250 g de mena con oro. Finalmente, del super concentrado de mineral de cosecha empleó 20 g de mena con oro, para preparar solución y mezclar; protocolo de (Liu y otros, 2013), con ácido bromhídrico concentrado y ácido nítrico (3/1, 40 ml, v / v) durante 24 h. Dicha solución conteniendo oro dividieron en 5 alícuotas y neutralizaron a pH 2.0, 3.6, 4.0, 5.4 y 6.0 usando KOH (1.0 M), como base y

filtrado para eliminar el bromuro de plata solubles y otros metales base presentes. En seguida añadieron α -CD (50 ml, 0,2 mol) a la solución; luego el oro precipitado se separó por filtración. El tetrabromoaurato de potasio y α -ciclodextrina ($\text{KAuBr}_4 \cdot \alpha\text{-CD}$) obtenida, dispersaron con agua y redujeron con metabisulfito de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) (4 g) para dar el metal dorado. Recuperaron oro (2 138 ppm) por decantación de la solución acuosa. Siendo el 69% de recuperación de oro a pH 4.0.

Estudió la formación de un nuevo material compuesto con interacción ceniza volante-ciclodextrina utilizando XRD, SEM y FT-IR. Los picos adicionales en el difractograma y los espectros IR de los compuestos indicaron la interacción entre las ciclodextrinas y las cenizas volantes. También se observaron cambios en la morfología de la superficie, el tamaño de las partículas y el tamaño de los poros entre los materiales compuestos y los materiales constituyentes. El estudio es útil para proporcionar una aplicación prometedora del compuesto de ceniza volante-ciclodextrina en la tecnología del hormigón. (Ikotun et al., 2014)

Así mismo, demostró que cuando la celda se deja en la condición de circuito abierto después del paso de deposición de cobre, ocurren dos procesos simultáneos en la superficie de electrodo (WE): 1) el cobre comienza a disolverse del electrodo seguido por un aumento en el potencial del electrodo, y 2) oro se deposita (Li y otros, 2021) en el WE, debido a la transferencia de carga, es decir, la "reacción de cementación" entre las especies de cobre reducido y oro disuelto. Reemplazamiento de deposición electroquímica-Redox (EDRR) demostró ser eficaz en la recuperación de Au cuando se comparó el método EDRR con la electrodeposición (es decir, electrodeposición pura y sin reemplazo redox), ya que el proceso EDRR produce un producto con un contenido de Au del 37,2% en comparación con el 7,8% en la electrodeposición convencional. La composición de la aleación depositada se puede ajustar ajustando los valores potenciales de E_{ingreso} y E_{salida} . (Korolev et al., 2018)





2.1. MATERIA PRIMA

Relave, es de la labor Aguadita- Esmeralda II, Pampailima; 30 kg de muestra de 6 sacos de relaves empleando pala con 22% de humedad, almacenadas en recipientes ziploc. Ver figura 19.

Localización: UTM (zona 18 L): 8233534 norte, 694770 este, elevación 1073 msnm, (sistema WGS 84) Secocha- Ocoña. El acceso es por la carretera panamericana sur de Arequipa a Ocoña, recorrido de 298 km aprox. Luego se continua por el desvío hacia el noreste de Ocoña a Secocha a 120 km, este tramo es camino carrozable al margen derecho del rio Ocoña. Secocha, pertenece al distrito de Mariano Nicolas Valcárcel, provincia Camaná, departamento de Arequipa.



Figura 19
Ubicación del muestreo de relaves auríferos- cuenca baja (mediante Garmin mostrando las coordenadas UTM).

Lugar de ejecución: laboratorio de procesamiento de minerales del Programa de Ingeniería Metalúrgica de Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa y Laboratorio de Química UNSA



Figura 20
Muestra de relave aurífero en saco cuenca baja- Secocha.

Fuente: elaboración propia, (2022)

sa	sac	sac	sac	sac	sa
co	o	o	o	o	co
sa	• 1	sac	• sac	sac	sa
co		o	o2	o	co
sa	• sac	• sac	• sac	• sac	sa
co	o	o4	o	o3	co
saco	• sac	sac	• sac	sac	sa
	o5	o	o6	o	co
sa	sac	sac	sac	sac	sa
co	o	o	o	o	co

Figura 21
Muestra de relave en la cuenca baja de Ocoña (Secocha); los puntos indican sacos y los números muestreados.

Fuente: elaboración propia, (2022)

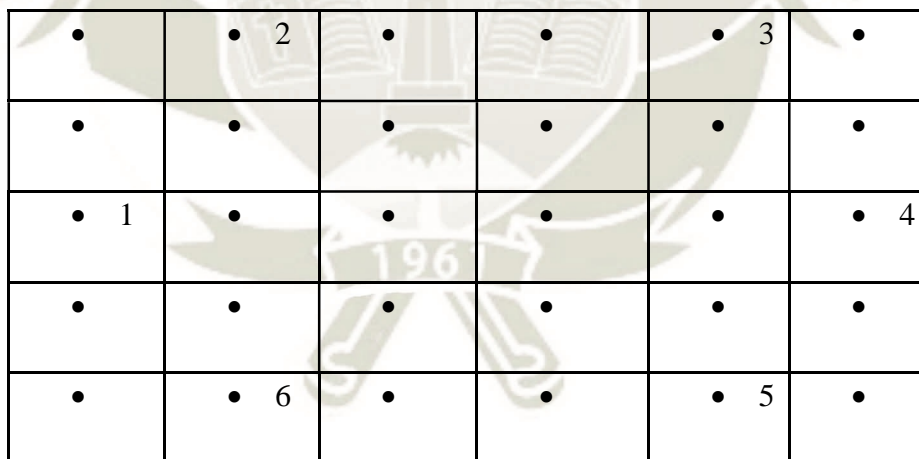
La población como unidad de análisis son relaves, es el conjunto de todos los casos que concuerdan con una serie de especificaciones (Lepkowski, 2008b). El caso de relaves auríferos de la actividad extractiva de los 490 pequeños productores mineros y artesanales auríferos de la cuenca de Ocoña. Entre Secocha y Yanaquihua-Condesuyos (Fernández, 2018 y MINAM, 2018).

La toma de muestra fue no probabilística por juicio (llamadas dirigidas) (muestra es sub grupo de la población), fue representativo. La mayor parte de las investigaciones experimentales utilizan muestras dirigidas porque es difícil manejar grupos grandes o múltiples casos, debido a ello en los experimentos, la validez externa se consolida mediante la repetición o reproducción del estudio. (Pandey & Pandey, 2015), p.46.

El muestreo en la cuenca alta, Yanaquihua, ver figuras 22 y 23.

Coordenadas UTM, sistema WGS 84 son las siguientes:

8253997 norte y 722278 este. (GPS Garmin)



•	• 2	•	•	• 3	•
•	•	•	•	•	•
• 1	•	•	•	•	• 4
•	•	•	•	•	•
•	• 6	•	•	• 5	•

Figura 22

Muestra en la represa de relave en la cuenca alta de Ocoña (Yanaquihua), los números indican puntos de muestreo.

Fuente: elaboración propia, (2022)



Figura 23
Represa de relaves (restos de planta de beneficio de 200 t) de Yanaquihua y zona de muestreo de cuenca alta.

Fuente: (Lewinsohn & Rene, 2017)

Las muestras en la zona de cuenca alta recolectadas fueron de 6 puntos al azar, 30 kg de relaves luego fueron almacenadas en recipiente ziploc. Finalmente se obtuvo por cuarteo de ambas cuencas 32 kg de muestra representativa.

2.2. Reactivos

1. Nombre: Alfa-ciclodextrina (ACD): 50 g
Grado: > 98%
Marca: Merck
Solubilidad: en H₂O – 50 mg/mL
Formula: C₃₆H₆₀O₃₀
Peso: 972.84 g/mol)
2. Nombre: Hidróxido de calcio (cal apagada)
Grado: 97% d pureza
Formula: Ca(OH)₂
Masa molar: 74,093 g/mol.

3. Nombre: Nitrato de plata
Grado: 0.01M
Formula: AgNO_3
4. Nombre: Yoduro de potasio
Grado: 0.01 M
Formula: KI
5. Ácido clorhídrico (concentrado, pureza 36-38%)
Formula: HCL
Grado: 0,1M, 250 mL
Cantidad: 2,2 L
6. Agua de bromo (Acido hipobromoso, grado reactivo, a 47% normal)
Formula: HOBr
Cantidad: 200 mL
7. Ácido nítrico (concentrado, pea)
Formula: HNO_3
Grado: 0,1 M
Cantidad: 200 mL
Pureza: 65% y marca: Merck
8. Hidróxidos de potasio (concentrado, al 0,1 M al 98% de pureza)
Formula: KOH
Grado: 3M
Cantidad: 40 mL
9. Metabisulfito de sodio (pureza de 90%)
Formula: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$
Grado: 0,1M
Cantidad: 4 kg
10. Agua destilada
Formula: H_2O
Cantidad: 6000 mL.

2.3. Materiales

- a. Tres frascos de vidrio con tapa de vidrio de 500 mL
- b. Un frasco de plástico con tapa de plástico de 60 mL
- c. Seis vasos de precipitados de 200- 500 mL
- d. Una bagueta de vidrio (para sumergir papel pH)
- e. Dos rollos de papel pH (marca: Hanna Checker pH meter Macherey-nagel de 5.5-9; Acilit-merk de 0,5 -5,00)
- f. Un Cuentagotas
- g. Dos lunas de reloj
- h. Una espátula
- i. Dos Pipetas de 10 mL
- j. Dos embudos de vidrio
- k. 10 tubos de ensayo de 10 mL
- l. Una gradilla de madera
- m. Papel filtro de rápida y normal filtrado
- n. Juego de tamices (norma ASTM-C136.): Tyler de 35, 65, 100, 150 y 200.
- o. Matraz de vidrio 125 mL .
- p. Probeta (Fiola), de 50 ml de capacidad.

2.4. Equipos

- a. Nombre: Balanza
Modelo: BM 20
Marca: Laval lab y capacidad de 520 g
GPS: Garmin- Etrx-30x
- b. Nombre: Agitador
Tipo: NV 7.1 a 4
N°: 121259m50
HP: 0.4
RPM: 1660
V: 220/440

Norma: IEC.

Marca: Delcorsa S.A.

- c. Nombre. Microscopio electrónico de barrido (MEB) 200 EDAX y Microscopio Óptico (MO)

Marca: Edax

Modelo: Quanta 200.

2.5. Metodología experimental

Para medir las dos variables:

Variable independiente: relaves auríferos con oro adicional

Variable dependiente: recuperación de oro por lixiviación, en base a los trabajos de: Marsden & House (2006) y A.M. Anthony et al., (2020), para separar oro del relave aurífero con alfa ciclo dextrina (α -CD), ver figuras 24 y 25, diagrama de flujo 1 y 2 y siguientes protocolos 1, 2 y 3.

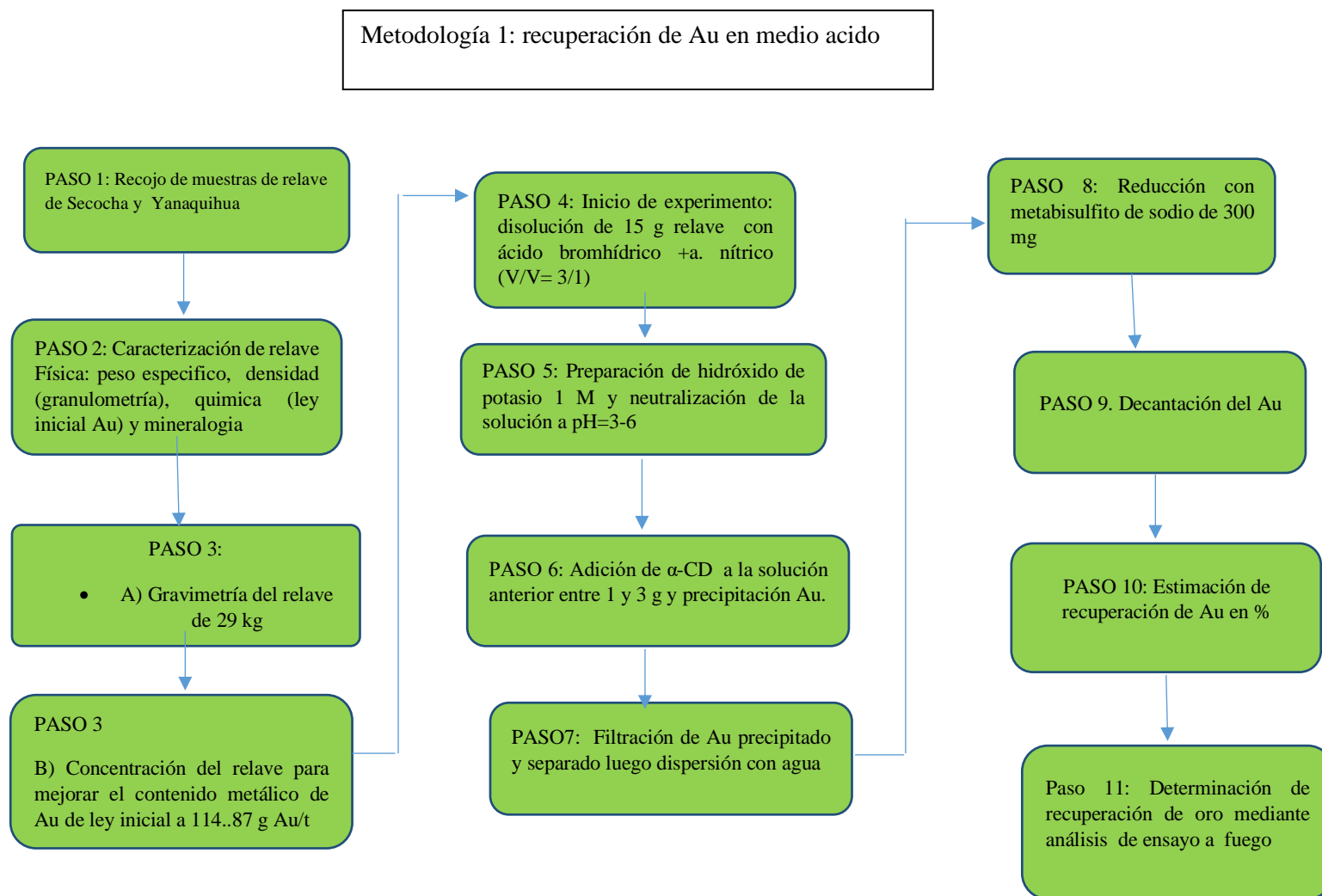


Figura 24

Recuperación de Au en medio ácido.

Fuente: elaboración propia, (2022)

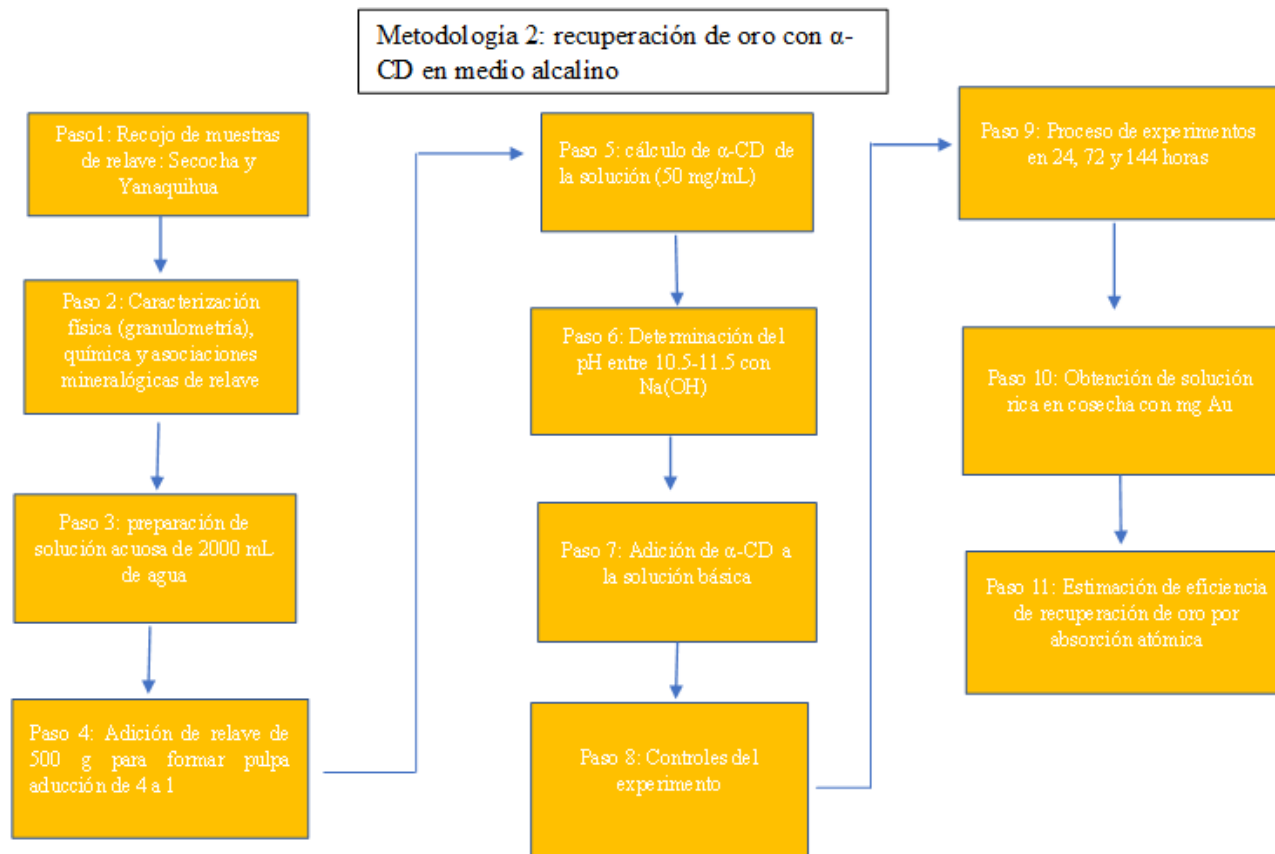


Figura 25 Recuperación de oro con α -CD en medio alcalino.

Fuente: elaboración propia, (2022)

2.5.1. Metodología de caracterización granulométrica (propiedades físicas y mineralógicas) del relave aurífero

Las partículas finas tienen mayor área superficial expuesta a alfa ciclodextrina, para liberación del oro (molienda) (The Chemistry of the extraction of Gold, 2006). La distribución de tamaño del relave, se hizo por análisis de granulometría (Wills & Finch, 2016). Consistió en pasar, a través de tamices Tyler (mallas 10, 18, 30, 60, 120, 230) estándar con base de la norma ASTM-C136) (tabla 15) en primera columna va tamices y en segunda columna la abertura de malla (mm). La masa que queda entre dos tamices consecutivos se pesa y sumatoria (349.35 g) que están en la tercera columna, con esto se calcula el porcentaje en peso de cada fracción de tamaño (Austin & Concha, 1994, Fuerstenau & Han, 2003) en cada tamiz y dividiendo entre total de masa; que está en cuarta columna (la escala de tamices usuales, consisten en aberturas diferenciadas por $\sqrt{2}$ basada sobre un tamiz de 200 mallas de abertura igual a 74,2 μm). En la quinta columna se calcula el porcentaje retenido acumulado, que corresponde a la suma del % retenido en el tamiz más el tamiz anterior, así sucesivamente hasta la base y obtener el 100%. Finalmente, en la sexta columna va el % acumulado pasante, se obtiene restando del 100% menos el % retenido acumulado en cada tamiz, así sucesivamente hasta la base donde es 0%. Se graficó a escala a semi-logaritmo–cartesiana, Álvarez (2010); entre el tamaño de partícula en mm y el % acumulado pasante, con el cual se determina el $P(80) = 0.11$ mm, (gráfico 1) por interpolación, el cual indica que el 80% de material debe ser menor a 0.074 mm ideales; esto corresponde a malla -200 (0.074 mm) el 58%. (Osman Ali Salih, 2018 y Quijano Arteaga, 2018)

La *composición de mineralogía* del relave, es oro libre y electrum (Au, Ag), radica en mayor grado la asociación de óxidos de hierro y sulfuros como la pirita (ver anexo 3); donde la micrografía esta oro en tamaños nanométricos, micrométricos y macrométricos; efectuado con microscopio electrónico de barrido (MEB- Quanta 200)-EDX ,denominado también SEM (*Scanning Electrón Microscope*), el cual usa haz de electrones retrodispersados, electrones secundarios y energía dispersa de Rayos X en lugar de haz de luz para formar

una imagen (resolución entre 4 a 20 nm) a diversos aumentos en micrones, y proporciona como resultado espectros y análisis de composición de química elemental de todos los elementos presentes en la muestra, lo cual determina como procesar la recuperación. (Max Knoll y Reyes Gasga, 2020)

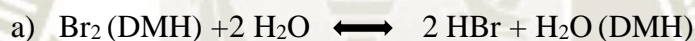
2.5.2. Metodología del diseño de procedimientos experimentales (flujograma)

Se desarrolló con el protocolo 1 y diagrama 1; luego se adaptó el protocolo 2 y diagrama 2, para aplicar en la presente tesis, se reemplaza los restos electrónicos por relaves auríferos, variando la cantidad de masa, pH, concentración de alfa ciclodextrina y tiempo (Liu et al., 2013).

Se hizo la super-concentración del relave para elevar el contenido metálico (Anthony et al., 2020).

Protocolo 1: recuperación de oro con alfa ciclodextrina en restos electrónicos

Primero: Reacciones



El DMH, producto comercial que suministra el bromo para la reacción:



Segundo: materia prima (restos electrónicos) que contiene oro= 250 mg

Tercero: preparación de concentrado de **HOB**r y **HNO**₃ (3/1; v/v) = 4 mL (HAuBr₄)

Cuarto: neutralización de la solución de oro con **KOH**, rango: **pH= 4-6**

Quinto: adición de alfa ciclodextrina a la solución anterior (**1.48 mmol, 1,44 g**).

Sexto: co - precipitación de oro y bromo (**a.Br**)

Séptimo: filtración de oro recuperado de(**a.Br**), y separación (dispersar en agua)

Octavo: reducción con Na₂S₂O₅ (300 mg) (metabisulfito de sodio), para dar metal dorado como precipitado.

Noveno: recojo de oro recuperado por decantación

Decimo: recuperación del a. CD, restante de la fase líquida se recicla por recristalización.

Undécimo: las impurezas de oro residual del filtrado pueden reciclarse por filtrado (ver diagrama 1) (Liu et al., 2013).

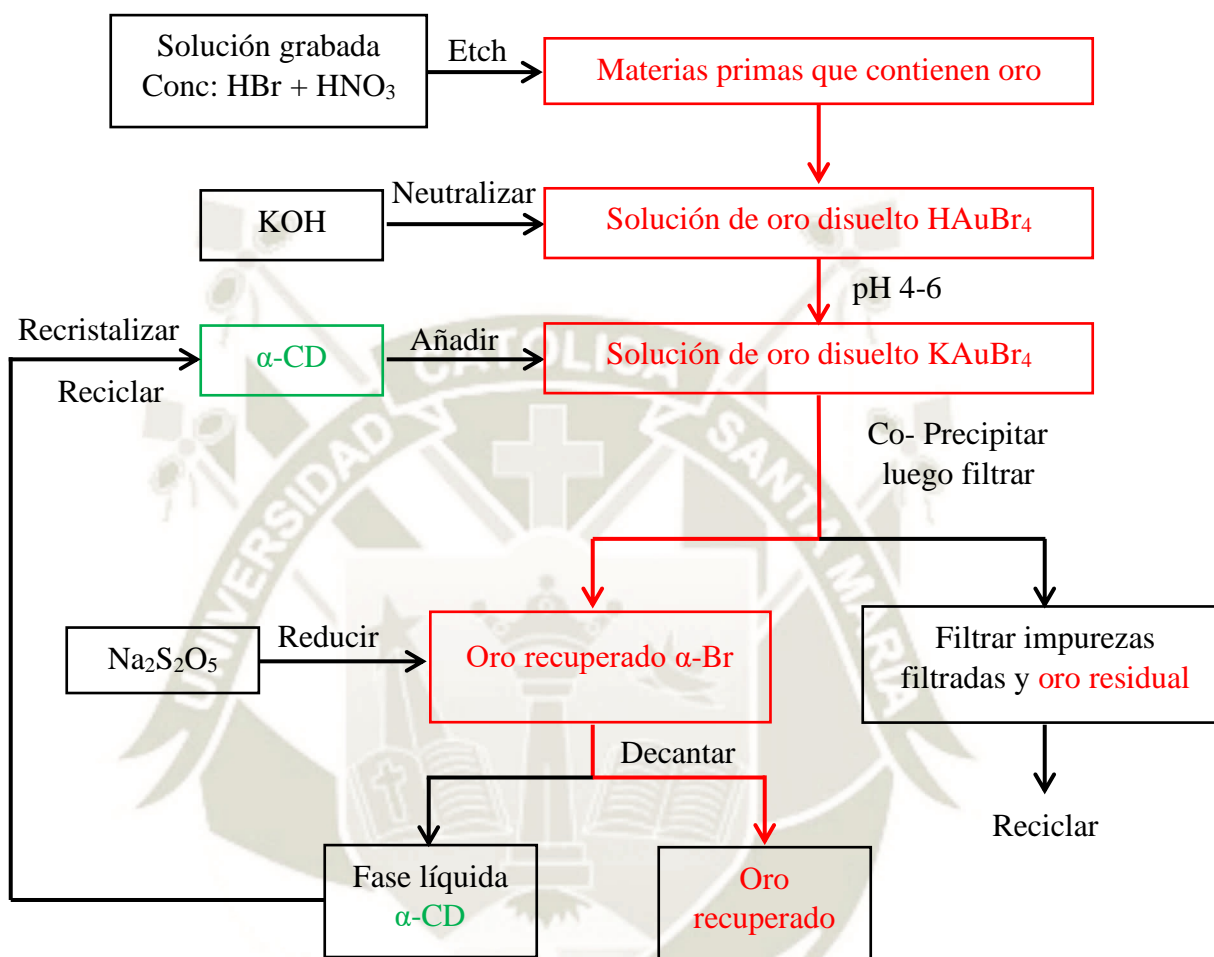


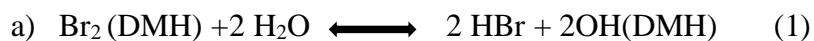
Diagrama 1

Protocolo de recuperación de oro con ACD en desechos electrónicos.

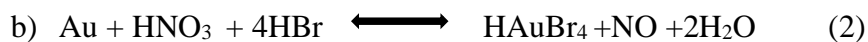
Fuente: Liu et al., (2013)

Protocolo número 2: recuperación de oro con alfa ciclodextrina para reciclar relaves auríferos, adaptado a la investigación.

Primero: Reacciones



Siendo el DMH, un producto comercial que suministra el bromo para que tenga lugar la reacción:



Segundo: Materia prima es relave aurífero que contiene oro remante: 15 g concentración de relave

Tercero: preparación de concentrado de **HBr y HNO₃** (3/1; v/v) = (v/v= 30/10) = (HBr/HNO₃) =40 mL (obtiene HAuBr₄)

Cuarto: adición de KOH; para neutralización de la solución anterior de oro con KOH, para un pH= entre 3-6. (obtener KAuBr₄).

Quinto: adición de alfa ciclodextrina a la solución, entre 1 a 3 g, en medio ácido y medio alcalino entre 0.025 y 0.5 g

Sexto: co - precipitación de oro y bromo (**α.Br**)

Formula de (**α.Br**)= C₇₂ H₁₂₀ AuBr₄ KO₆₈ (fuente: (Liu y otros, 2013))

Séptimo: filtración del oro recuperado de (**α.Br**), y separación (dispersar en agua)

Octavo: reducción con adición de Na₂S₂O₅ (600 mg); (metabisulfito de sodio), para dar metal dorado como precipitado.

Noveno: recojo de oro recuperado por decantación

Decimo: recuperación del α. CD, restante de la fase líquida se recicla por re -cristalización.

Undécimo: las impurezas de oro residual del filtrado pueden reciclarse por filtrado. (ver diagrama 2).

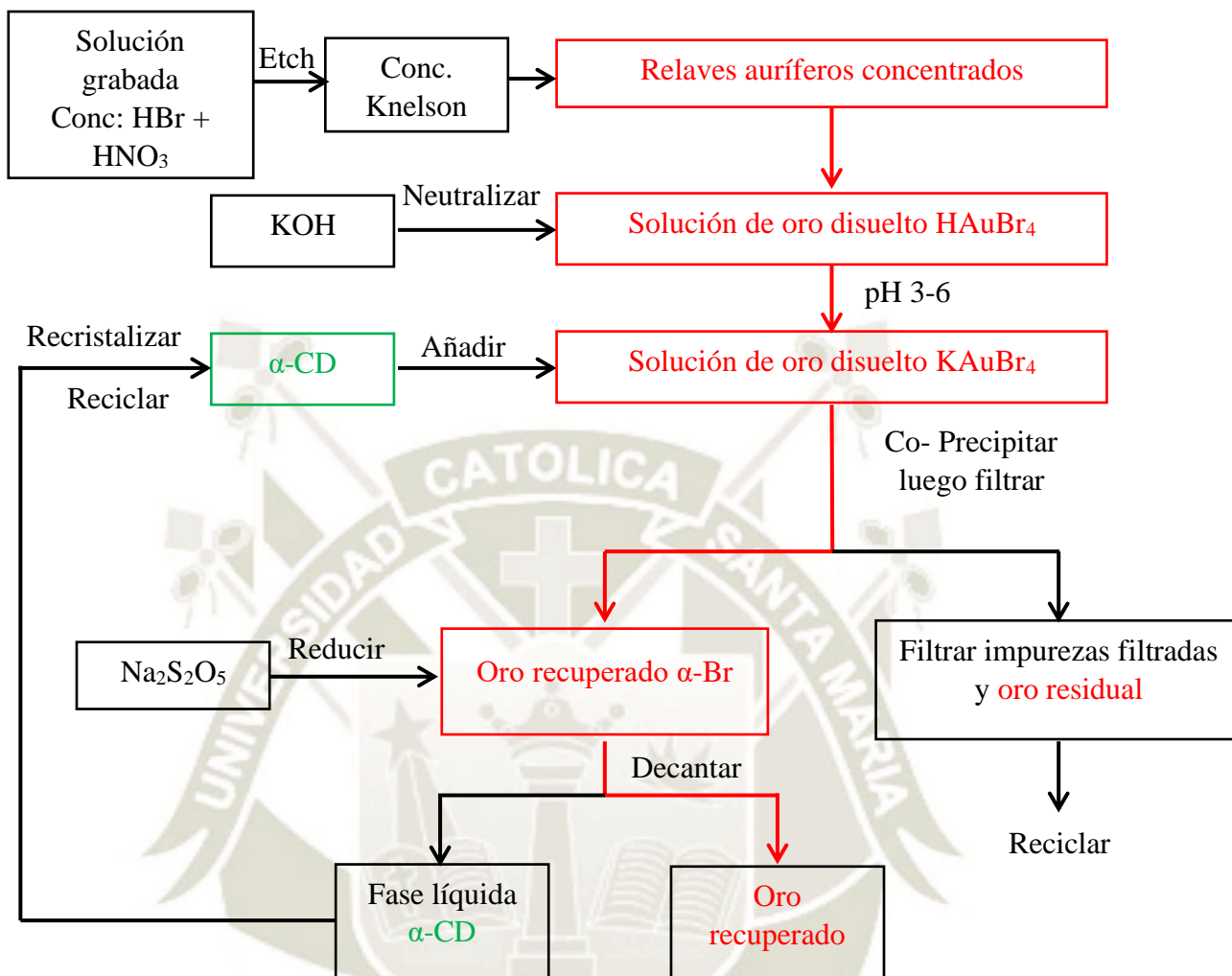


Diagrama 2

Protocolo de recuperación de oro con ACD para reciclar relaves auríferos.

Fuente: adaptado por Chaucayanqui B. (2022)

2.5.3. Metodología para la determinación cuantitativa de la concentración inicial de oro en el relave aurífero

Se hizo en los laboratorios analíticos del sur (LAS) E.I.R. Ltda, mediante el método de ensayo a fuego para oro newmont por gravimetría, a malla -200, para la cual se empleó 1000 g de muestra de relave. Este laboratorio, está acreditado por el Instituto nacional de calidad (INACAL-DA), cuyo registro es LE-050. Bajo la norma **NTP-ISO/IEC 17025:2017**.

Según Ghosh et al. (2019), el ensayo a fuego, tiene tres etapas: fundición, recuperación de oro del plomo, y cuantificación. Donde elimina interferencias como sulfuro y óxidos. En cambio, Wang et al (2016), el ensayo a fuego se usa por dos razones: recuperación total del oro y utilización de mayor cantidad de muestra reflejando ser representativo. Para adaptar y validación de la metodología de análisis de oro en sedimentos, rocas, relaves y concentrados, de interés geológico, minero y metalúrgico es importante seleccionar entre los más apropiados: ASTM E1335 (2017): determinación de oro en lingotes por análisis de ensayo de copelación y SM 3111 (2017) metales por espectrometría de absorción atómica por llama. (Buitron et al., 2021)

2.5.4. Metodología para la lixiviación del relave aurífero con alfa ciclodextrina

- a) Según Dadgar (1989), dio el proceso electroquímico en la disolución del oro en soluciones bromadas, según la siguiente ecuación:



- b) Trindade et al., (1994), al usar al bromo como agente oxidante la reacción es:



Donde el ion bromuro (Br^-) es el agente complejante. El bromo en solución acuosa se hidroliza en forma de ácido hipo bromoso (HOBr) cuya reacción es:



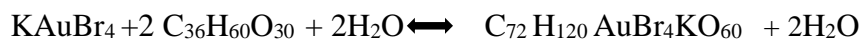
El ácido hipo bromoso (HOBr), se desempeña como agente oxidante, luego el oro se puede disolverse según a la reacción siguiente:



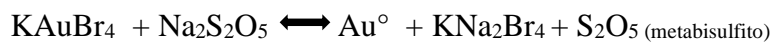
- c) El proceso sigue así: $\text{Au} + \text{HNO}_3 + 4 \text{HBr} \rightleftharpoons \text{HAuBr}_4 + \text{NO} + 2\text{H}_2\text{O}$

- d) Al neutralizar con KOH , reacción: $\text{HAuBr}_4 + \text{KOH} \rightleftharpoons \text{KAuBr}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$

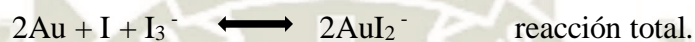
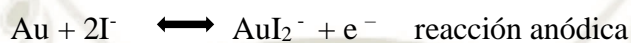
- e) Adición de alfaciclodextrina:



f) Reducción con metabisulfito de sodio:



g) Reacciones de lixiviación con yodo en medio alcalino pH= 2.7-11.5 dado por Davis et al. (1991-1993).



h) En la figura 1.7, del diagrama de Pourbaix, donde se observa la formación de complejos del oro en dos formas: en AuI^- y AuI_2^- (oxidantes principales son I_2 y I_3^-). siendo el complejo de Au(I) .

Por tal motivo las condiciones de operación en la lixiviación del relave de oro con α -CD, en medio alcalino fueron:

Peso del relave	: 500 g
Ley del relave	: 17.58 g Au/t
Granulometría	: 80% m-200
Concentración de alfa ciclodextrina	: 0.025% , 0.5 g
pH	: 10.5-11.5
volumen lixiviante	: 2000 mL
cantidad de Alfa ciclodextrina	: 5.64
velocidad de agitación	: 350 rpm
porcentaje de solidos	: 25 %
tiempo de lixiviación mínima y max	:24- 144 h

2.5.5. Metodología de cálculo de la concentración final de oro en la recuperación con alfa ciclodextrina

En antecedentes investigativos fue empleado el método, de espectrometría de masas de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES). Sin embargo, hoy en día existen otros validados.

Según, Balaram et al. (2012) dentro de las técnicas para determinar oro, luego de su recuperación y purificación, se encuentra la espectroscopia de absorción atómica con llama, la espectroscopia de absorción atómica con horno de grafito, y la espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES), el requisito para utilizarlas es que el oro se encuentre en solución. Obteniéndose con esas técnicas límites de detección en el orden de 20 ng/g, 0,1 ng/g y 0,01 ng/g, respectivamente.

Otras técnicas que pueden ser utilizadas son: la espectrometría de emisión óptica acoplada inductivamente con plasma y espectrofotometría de absorción ultravioleta y visible. Sin embargo, dichos métodos a la fecha fueron validados por ensayo a fuego (Rodríguez Rodríguez et al., 2017).

La validación fue demostrada estadísticamente los dos métodos antes señalados por ensayo a fuego (tal como se hizo en la presente), en vista que cumple con especificaciones de desempeño: intervalo de trabajo, selectividad y especificidad, límite de detección (LD), límite de cuantificación (LC), robustez, linealidad, precisión e incertidumbre. (Barwick et al 2016). Usaron la estadística de análisis de varianza (ANOVA), entre el ensayo a fuego y lectura por absorción atómica, que cumple las especificaciones de desempeño: intervalo de trabajo, selectividad y especificidad, límite de detección (LD), límite de cuantificación (LC), robustez, linealidad, precisión e incertidumbre (Barwick et al 2016). En los resultados mencionan el tamaño de partícula usado fue menor a 0.075 mm están respaldados por el estudio de Osman (2018), en el cual indica a menor tamaño de grano la recuperación de oro incrementa (reflejado en la repetitividad).

Llegaron a la conclusión que: el método para determinación de oro por ensayo a fuego evaluado es considerado selectivo, lineal, y veraz en el intervalo de trabajo 0.033 mg/kg a 353.3 mg/kg

Camelino S. et al. (2018), aplico la ley de Beer (linealidad) en cuya investigación de procedimiento de determinación de oro por espectrofotometría UV/VIS, encontró la no linealidad en concentraciones mayores a 0.61 mM. Según Diaz R. (2017) señala ciertas desventajas y limitaciones de análisis de espectrometría de masas con fuente de plasma. Por lo que el cálculo fue por absorción atómica para resultados en medio alcalino y acido el de ASTM E1335.

2.6. Modelo matemático del objetivo

2.6.1 Diseño factorial para experimentos

Planifica los experimentos con mínimo de pruebas a determinar el significado de la variable independiente, para tal efecto de interacciones brinda un modelo matemático empírico, siendo base para el proceso de optimización. En este caso los factores son tres con dos niveles. El número de experimentos se calcula con la siguiente ecuación. (Cruz Salgado, 2011)

$$N = 2^k$$

Donde:

N = número total de experimentos

k = número de variables:3

2 = niveles de estas variables, variable continua (mínimo y máximo)

Luego se tiene el siguiente modelo matemático de regresión es:

$$Y = B_0 + B_1X_1 + B_2X_2 + B_3X_3 + B_4X_2^2 + B_5X_2^2 + B_6X_2^2 + B_7X_1X_2 + B_8X_1X_3 + B_9X_2X_3$$

Siendo: Y = la variable respuesta en recuperación y

X₁, X₂ y X₃ = variables de entrada: concentración de α-CD (g), pH (escala: acido, alcalino) y tiempo (horas).

X₁ X₂; X₁ X₃; X₂ X₃ = interacciones entre las variables principales.

2.6.2 Matriz de Diseño

En las siguientes tablas presento el número de experimentos del diseño que son ocho (2^3), donde se adicionan tres puntos centrales por el contrario efecto de curvatura y estimación de error Miranda (1989), y Murphy (1976), incremento de pruebas 9,10 y 11. Atendiendo a dos metodologías antes mencionadas (medio ácido y alcalino).

Tabla 9
Niveles mínimos y máximos – ácido.

VARIABLES	Factor	Unidad	Nivel inferior (-)	Nivel Centro	Nivel superior (+)
X1	Concentración de α -CD	g	1	1.44	3
X2	pH	escala	3	4.5	6
X3	tiempo	horas	1	1.5	2

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: En esta tabla se describe el diseño factorial de 3 factores principales (α -CD, pH, y t), con dos niveles de mínimo y máximo en medio ácido.

Tabla 10
Matriz de diseño factorial $N= 2^3 = 8$ para % recuperación en ácido.

N° pruebas	Notación	Variables codificadas			Variables reales		
		A	B	C	%ACD	pH	tiemp
1	1	-	-	-	1	3	1
2	A	+	-	-	1	6	1
3	B	-	+	-	3	3	1
4	Ab	+	+	-	3	6	1
5	C	-	-	+	1	3	2
6	Ac	+	-	+	1	6	2
7	Bc	-	+	+	1	3	2
8	ABC	+	+	+	3	6	2
9	0	0	0	0	1.44	4	1.5
10	0	0	0	0	1.44	4	1.5

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Esta tabla describe la matriz del diseño factorial de 8 experimentos en laboratorio y adición de ensayos para estimación de error, para el método 1, en medio ácido.

Tabla 11

Función respuesta de cada prueba con niveles de experimentación ácido.

N° pruebas	Notación	Variables codificadas			Variables reales			Respuesta % de recuperación Oro
		A	B	C	%ACD	pH	tiemp	
1	1	-	-	-	1	3	1	75
2	A	+	-	-	1	6	1	89
3	B	-	+	-	3	3	1	80
4	Ab	+	+	-	3	6	1	71
5	C	-	-	+	1	3	2	74
6	Ac	+	-	+	1	6	2	69
7	Bc	-	+	+	1	3	2	71
8	ABC	+	+	+	3	6	2	57
9	0	0	0	0	1.44	4	1.5	70
10	0	0	0	0	1.44	4	1.5	70
11	0	0	0	0	1.44	6	1.5	72

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Esta tabla explica el número de pruebas, interacción entre variables principales, variables de presencia o ausencia, las variables reales en el experimento y % de recuperación en medio ácido, para hallar la respuesta.

Tabla 12

Niveles mínimos y máximos - alcalino.

Variables	Factor	Unidad	Nivel inferior (-)	Nivel Centro	Nivel superior (+)
X1	Concentración de α -CD	g	0.025	0.26	0.5
X2	pH	escala	10.0	10.5	11
X3	tiempo	horas	24	72	144

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: En esta tabla se describe el diseño factorial de 3 factores principales (α -CD, pH, y t), con dos niveles de mínimo y máximo en medio alcalino.

Tabla 13

Matriz de diseño factorial $2^3 = 8$ para % recuperación en alcalino.

N°	Notación	Variables codificadas			Variables reales		
		A	B	C	%ACD	pH	tiemp
1	1	-	-	-	0.025	10	24
2	A	+	-	-	0.5	10	24
3	B	-	+	-	0.025	11	24
4	Ab	+	+	-	0.5	11	24
5	C	-	-	+	0.025	10	144
6	Ac	+	-	+	0.5	10	144
7	Bc	-	+	+	0.025	11	144
8	ABC	+	+	+	0.5	11	144
9	0	0	0	0	0.26	10.5	72
10	0	0	0	0	0.26	10.5	72
11	0	0	0	0	0.26	10.5	72

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Esta tabla describe la matriz del diseño factorial de 8 experimentos en laboratorio y adición de ensayos para estimación de error, para el método 2, en medio alcalino.

Tabla 14

Función respuesta de cada prueba con niveles de experimentación alcalino.

N°	Notación	Variables codificadas			Variables reales			Respuesta % de recuperación Oro
		A	B	C	%ACD	pH	tiemp	
1	1	-	-	-	0.025	10	24	96.3
2	A	+	-	-	0.5	10	24	96.3
3	B	-	+	-	0.025	11	24	96.3
4	Ab	+	+	-	0.5	11	24	96.3
5	C	-	-	+	0.025	10	144	92.6
6	Ac	+	-	+	0.5	10	144	92.6
7	Bc	-	+	+	0.025	11	144	92.6
8	ABC	+	+	+	0.5	11	144	92.6
9	0	0	0	0	0.26	10.5	72	96.0
10	0	0	0	0	0.26	10.5	72	96.0
11	0	0	0	0	0.26	10.5	72	96.4

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: explica las pruebas, interacción entre variables A, B y C, variables conc α .CD, pH, y t, las variables reales y % de recuperación de oro en medio alcalino, para hallar la respuesta.

2.7. Análisis y procesamiento de datos estadísticos

Las variables a medir fueron: concentración de α -CD, pH y tiempo (horas).

Se hizo mediante análisis de varianza (ANOVA). Usando el programa Minitab v.17



3.1 Granulometría, propiedades físicas y asociaciones mineralógicas

En granulometría del relave aurífero se obtuvo los siguientes resultados:

Tabla 15
Análisis granulométrico (ASTM C136)

Tamices	Abertura mm	Masa Retenida g	% retenido	% retenido acumulado	% Ac. pasante
10	2	0	0,00%	0,00%	100,00%
18	1	0	0,00%	0,00%	100,00
30	0,5	0,92	0,26%	0,26%	99,74%
60	0,25	23,92	6,85%	7,11%	92,89%
120	0,125	61,34	17,56%	24,67%	75,33%
230	0,063	84,38	24,15%	48,82%	51,18%
Base		178,79	51,18%	100,00%	0,00%
Total		349.35	100,00%		

. Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: explica la masa retenida en cada tamiz, para calcular el % retenido acumulado y % acumulado pasante para determinar p(80).

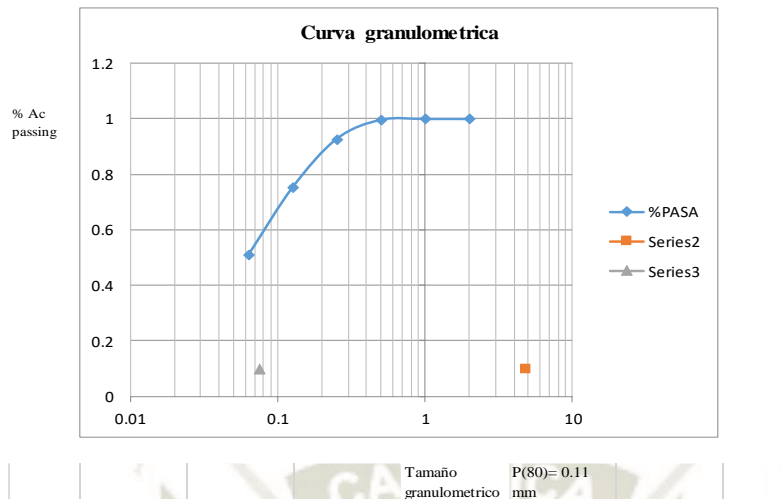


Gráfico 1
Análisis Granulométrico

Interpretación: gráfico entre el tamaño de partículas de relave en semi logaritmo y % pasante eje ordenada normal, y determina el $p(80) = 0.11$ mm, por interpolación.

- a) Densidad aparente de relave: $1,73 \text{ t/m}^3$
- b) Peso específico de relave: $2,71 \text{ g/ml}$
- c) Granulometría: m-200, $P_{(80)} = 0,2244 \text{ mm}$.
- d) Asociaciones mineralógicas observados a través del MEB son: hematita (Fe_2O_3), pirita (FeS_2), calcopirita (CuFeS_2), ferromagnesianos (olivino), cristobalita (cuarzo, SiO_2), oro libre de 24 kilates, galena (PbS), goetita ($\text{FeO}(\text{OH})$), covelina ($\text{Cu}_4 \text{Cu}_2^{+2} (\text{S}_2)_2 \text{S}_2$), diginita ($\text{Cu}_9 \text{S}_5$).

Los elementos encontrados fueron: Fe, Cu, Au, S, Al, Si, K, Ca, O_2 , Ag, Pb, Bi, y Ti.

En las siguientes figuras se muestran las figuras observadas por el MEB:

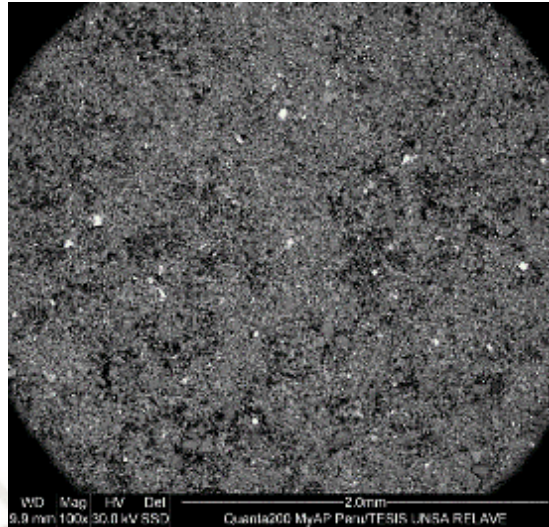


Figura 26
Relave a 100 aumentos, se observa la matriz.

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Microfotografía de la matriz de relave aurífero total observado por los electrones secundarios y detectados por electrones retro dispersados en el primer monitor (MEB) de tipo SSD (detector de estado sólido) en alto vacío mostrado a 100 aumentos.

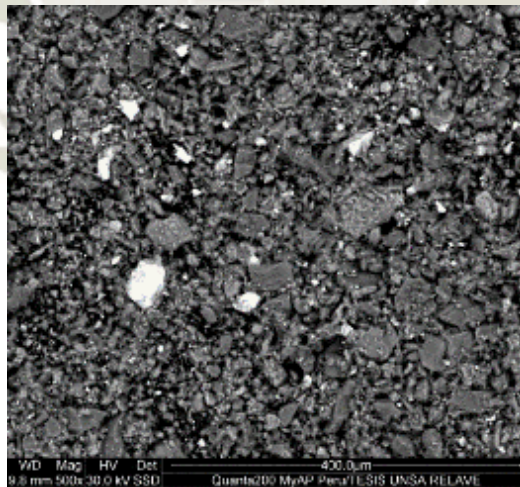


Figura 27
Relave a 500 aumentos (400 μ m), se observa la pirita (brillante) y los opacos son ganga (cristobalita).

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Microfotografía del relave observado en la matriz por los electrones secundarios y detectados por electrones retro dispersados en el primer monitor (MEB) de tipo SSD (detector de estado sólido) en alto vacío mostrado a 500 aumentos, pirita aurífera a 400 μm

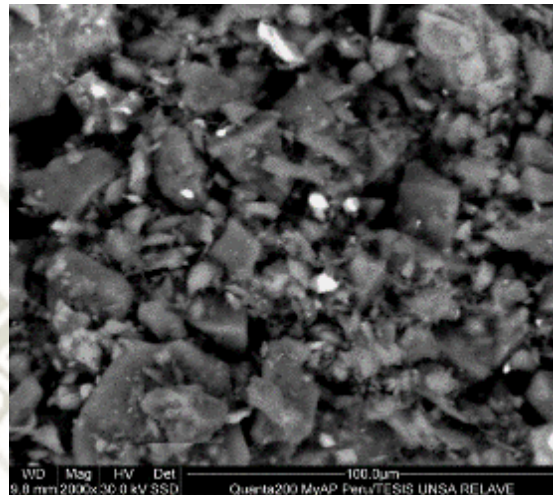


Figura 28
Relave a 2000 aumentos (100 μm), se observa Au libre.

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Microfotografía del relave observado en la matriz por los electrones secundarios y detectados por electrones retro dispersados en el primer monitor (MEB) de tipo SSD (detector de estado sólido) en alto vacío mostrado a 2000 aumentos, oro libre a 100 μm

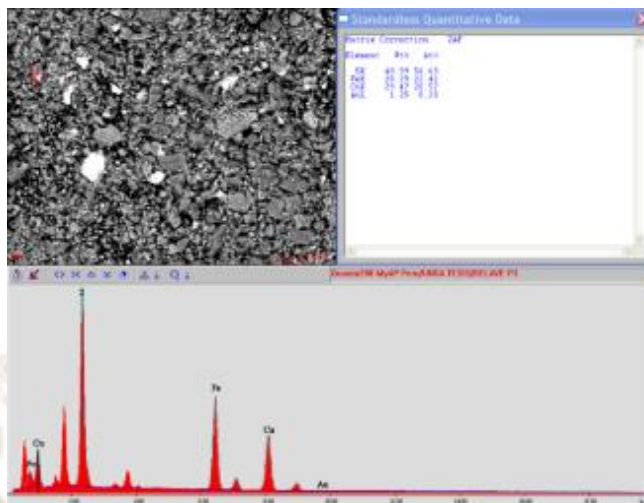


Figura 29
Elementos de Fe, Cu, y Au, en porcentajes atómicos en el relave.

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Espectro detectado por el EDS (segundo monitor), mostrando elementos en % de peso atómico (Wt%) como: Fe, Cu, y Au.

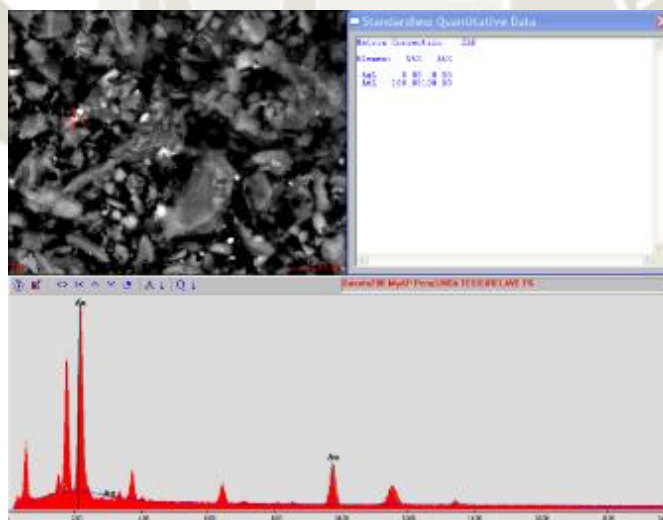


Figura 30
Au y Ag presentes en el relave, en % atómicos (a 2000 aumentos).

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Espectro detectado por el EDS (segundo monitor), mostrando elementos en % de peso atómico (Wt%) como el electrum (Au, Ag).

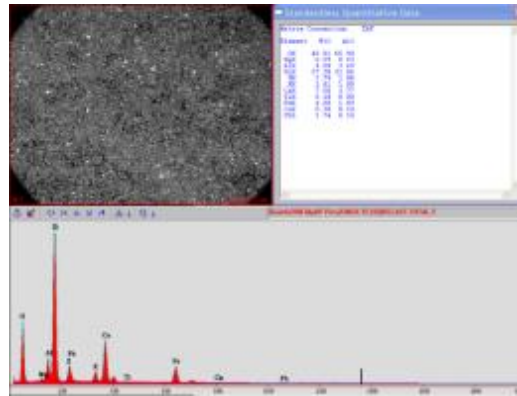


Figura 31
Total, elementos encontrados en el relave.

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Espectro detectado por el EDX (segundo monitor), mostrando elementos totales en posiciones puntuales en % de peso atómico (Wt%).

Tabla 16

Composición y caracterizaciones puntuales totales de elementos en relave por MEB.

Elementos	% en peso %W	% atómico	obs
Oxígeno	48,90	65,96	
Magnesio	0,43	0,38	
Aluminio	4,31	3,45	
Silicio	27,95	21,48	
Azufre	2,68	1,80	
Potasio	1,80	0,99	
Calcio	6,89	3,71	
Titanio	0,23	0,10	
Hierro	4,71	1,82	
Cobre	0,33	0,11	
Plomo	1,77	0,18	
Oro	100,00	100,00	Puro de 24 k
Bismuto	58,15	48,11	
Plata	4,68	7,50	

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: constituyen composiciones puntuales que muestran los elementos en % de peso atómico presentes (Wt%), es estequiometría.

e) Relave aurífero observados a través del Microscopio Óptico (MO) son:

Los minerales encontrados y asociados al relave, están señalados en las figuras siguientes:

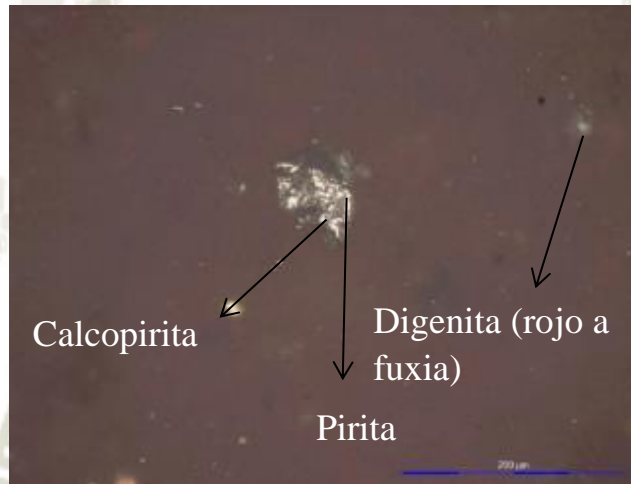


Figura 32
Calcopirita con pirita y digenita (Cu₉S₅), a 200 μm.

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Microfotografía por microscopio óptico de luz reflejada y de luz transmitida, tomada a 200 μm, que muestra cristales suhedrales de sulfuros de: colcopirita (CuFeS₂), pirita (FeS) y digenita (Cu₉S₅)

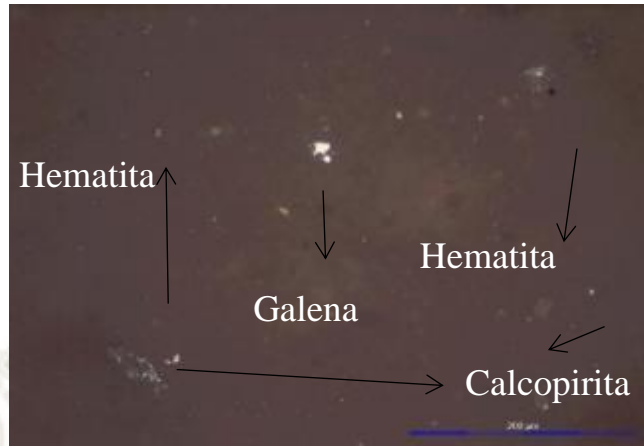


Figura 33
Calcopirita, hematitas y galena a 200 μm.

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Microfotografía por microscopio óptica de luz reflejada y de luz transmitida, tomada a 200 μm, que muestra cristales suhedrales de óxidos y sulfuros de: hematita, galena y calcopirita.

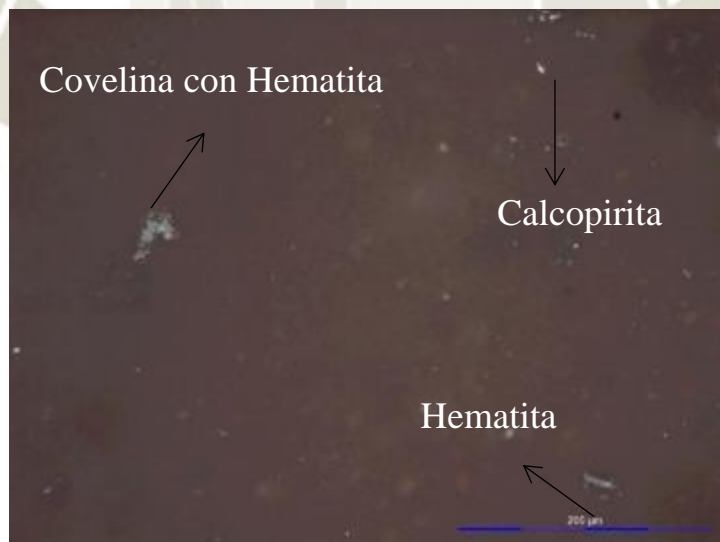


Figura 34
Covelina con hematita, calcopirita y hematita a 200 μm.

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Microfotografía por microscopio óptica de luz reflejada y de luz transmitida, tomada a 200 μm , que muestra cristales suhedrales de óxidos y sulfuros de covelina con: hematita (Fe_2O_3), calcopirita.

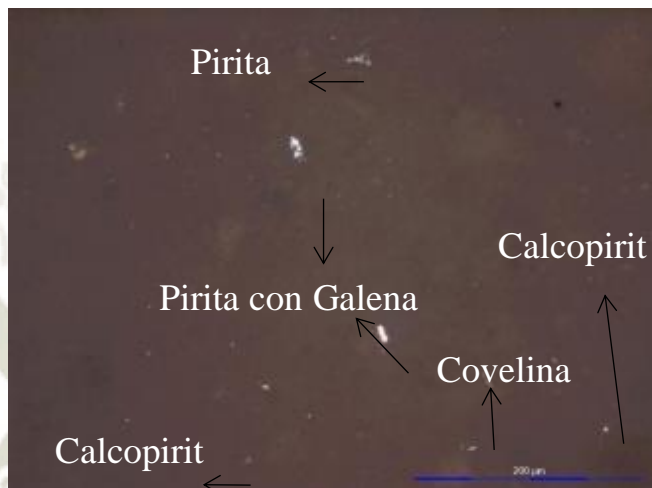


Figura 35
Pirita, pirita con galena, calcopirita y covelina a 200 μm .

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Microfotografía por microscopio óptica de luz reflejada y de luz transmitida, tomada a 200 μm , que muestra cristales suhedrales de sulfuros: de covelina, pirita con galena (PbS) y calcopirita.

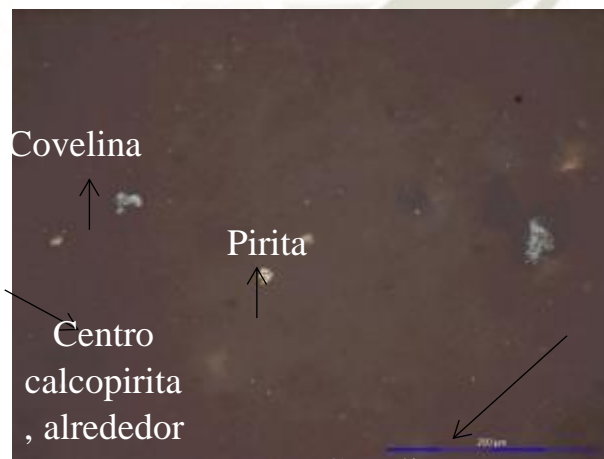


Figura 36
Covelina, pirita, covelina con galena, calcopirita a 200 μm .

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Microfotografía por microscopio óptica de luz reflejada y de luz transmitida, tomada a 200 μm , que muestra cristales suhedrales de sulfuros: de covelina, pirita y covelina ($\text{Cu}_4\text{Cu}_2(\text{S}_2)_2\text{S}_2$) con galena (PbS) y calcopirita.

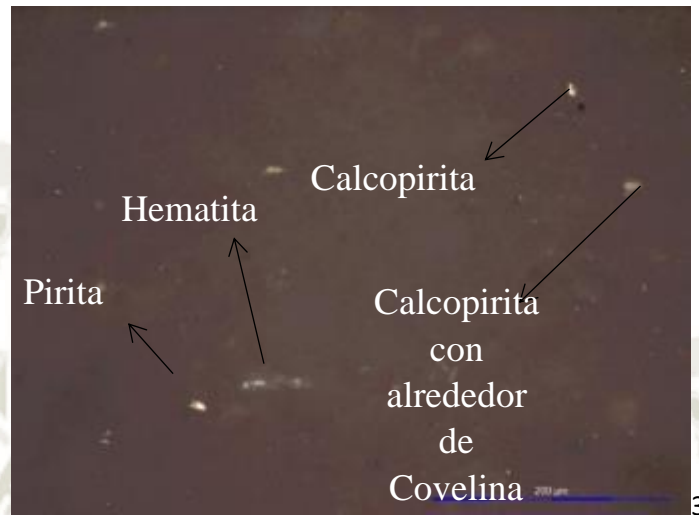


Figura 37
Pirita, hematita, calcopirita y calcopirita+ covelina a 200 μm .

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Microfotografía por microscopio óptica de luz reflejada y de luz transmitida, tomada a 200 μm , que muestra cristales suhedrales de óxidos y sulfuros: de calcopirita, hematita, pirita y calcopirita covelina ($\text{Cu}_4\text{Cu}_2(\text{S}_2)_2\text{S}_2$).



Figura 38
Pirita, calcopirita, y digenita con pirita a 200 μm .

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Microfotografía por microscopio óptica de luz reflejada y de luz transmitida, tomada a 200 μm , que muestra cristales suhedrales de sulfuros: pirita. digenita con pirita y calcopirita.

3.2 Resultados de los experimentos

Se desarrollaron los siguientes experimentos, desde el experimento 1 al 9 en medio ácido de lixiviación con α -CD (método 1) y del 10 al 20 en medio alcalino (método 2).

Tabla 17
Experimento 1: concentración de 1 g de α -CD y pH 3

Peso de relave g	HBr mL)	HNO ₃ mL (KOH mL	pH Hanna Checker	Alfa ciclodextrina g	Tiempo horas	Papel filtro micrones	Metabisulfito de sodio mg	Rec % Au
15	30	10	8	3	1	1	0.45	300	75

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Explica las condiciones del experimento 1, 15 g de relave, mL de reactantes (HBr, HNO₃ , KOH), y concentración de α .CD (1g), pH=3, y 1 hora de tiempo, % de recuperación de oro

Tabla 18
Experimento 2. Concentración de α -CD de 1 g y pH de 6

Peso de relave g	HBr mLgrado reactivo	HNO ₃ mL grado reactivo	KOH mL	pH Hanna Checker	Alfa ciclodextrina g	Tiempo hora	Papel filtro micrones	Metabisulfito de sodio mg	Rec % Au
15	30	10	5	6	1	1	0.45	600	89

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Explica las condiciones del experimento 2, 15 g de relave, mL de reactantes (30 HBr, 10HNO₃, 5 KOH), y concentración de α .CD (1g), pH=6, y 1 hora de tiempo, % de recuperación de oro.

Tabla 19

Experimento 3. Concentración de α -CD de 3 g y pH 3

Peso de relave g	HBr mLgrado reactivo	HNO ₃ mL grado reactivo	KOH mL	pH Hanna Checker	Alfa ciclodextrina g	Tiempo horas	Papel filtro micrones	Metabisulfito de sodio mg	Rec % Au
15	30	10	27	3	3	1	0.45	1000	80

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Explica las condiciones del experimento 3, 15 g de relave, mL de reactantes (30 HBr, 10 HNO₃, 27 KOH), y concentración de α .CD (3g), pH=3, y 1 hora de tiempo, 80% de recuperación de oro., denominado en medio acido.

Tabla 20

Experimento 4: concentración de α -CD de 3 g y pH de 6

Peso de relave g	HBr mLgrado reactivo	HNO ₃ mL grado reactivo	KOH mL	pH Hanna Checker	Alfa ciclodextrina g	tiempo	Papel filtro micro nes	Metabisulfito de sodio mg	Rec %
15	30	10	47	6	3	1	0.45	600	71

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Explica las condiciones del experimento 4, 15 g en peso de relave (muestra), mL de reactantes (30 HBr, 10 HNO₃, 47 mL KOH), y la concentración de

α .CD (3g), pH=6, y 1 hora de tiempo, 71% de recuperación de oro., denominado en medio ácido

Tabla 21

Experimento 5: concentración de α -CD de 1 g y pH de 3 y tiempo de 2 hrs

Peso de relave g	HBr mLgrado reactivo	HNO ₃ mL grado reactivo	KOH mL	pH Hanna Checker	Alfa ciclodextrina g	tiempo	Papel filtro micro nes	Metabisulfito de sodio mg	Rec %
15	30	10	47	3	1	2	0.45	600	74

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Explica las condiciones del experimento 5, 15 g de peso de relave (muestra), mL de reactantes (30 HBr, 10 HNO₃, 47 mL KOH), y la concentración de α .CD (1 g), pH=3, y 2 horas de tiempo, 74% de recuperación de oro., denominado en medio ácido

Tabla 22

Experimento 6: concentración de α -CD de 1 g y pH de 6 y tiempo de 2 hrs

Peso de relave g	HBr mLgrado reactivo	HNO ₃ mL grado reactivo	KOH mL	pH Hanna Checker	Alfa ciclodextrina g	tiempo	Papel filtro micro nes	Metabisulfito de sodio mg	Rec %
15	30	10	47	6	1	2	0.45	600	69

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Explica las condiciones del experimento 6, 15 g de peso de relave (muestra), mL de reactantes (30 HBr, 10 HNO₃, 47 mL KOH), y la concentración de α .CD (1g), pH=6, y 2 horas de tiempo, 69% de recuperación de oro., denominado en medio ácido

Tabla 23

Experimento 7: concentración de α -CD de 1 g y pH de 3 y tiempo de 2 hrs

Peso de relave g	HBr mLgrado reactivo	HNO ₃ mL grado reactivo	KOH mL	pH Hanna Checker	Alfa ciclodextrina g	tiempo	Papel filtro micro nes	Metabisulfito de sodio mg	Rec %
15	30	10	47	3	1	2	0.45	600	71

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Explica las condiciones del experimento 7, 15 g de peso de relave (muestra), mL de reactantes (30 HBr, 10 HNO₃, 47 mL KOH), y la concentración de α .CD (1g), pH=3, y 2 horas de tiempo, 71% de recuperación de oro., denominado en medio acido.

Tabla 24

Experimento 8. Concentración de α -CD de 3 g y pH de 6 y tiempo de 2 hrs

Peso relave g	HBr mLgrado reactivo	HNO ₃ mL grado reactivo	KOH mL	pH Hanna Checker	Alfa ciclodextrina g	tiempo	Papel filtro micro nes	Metabisulfito de sodio mg	Rec %
15	30	10	47	6	3	2	0.45	600	57

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Explica las condiciones del experimento 8, 15 g de peso de relave (muestra), mL de reactantes (30 HBr, 10 HNO₃, 47 mL KOH), y la concentración de α .CD (3g), pH=6, y 2 horas de tiempo, 57% de recuperación de oro., denominado en medio acido

Tabla 25

Experimento 9: concentración de α -CD de 1.44 g y pH de 4, tiempo de 1.5 hrs

Tabla:	HBr	HNO ₃	KO	pH	Alfa	tiemp	Papel	Metabisul	Re
experiment			H		ciclodextrin	o	filtro	fito de	c
o Peso de	mLgrad	mL	mL	Hanna	a		microne	sodio mg	%
relave	o	grado		Checke	g		s		
g	reactivo	reactiv		r					
	o	o							
15	30	10	47	4	1.44	1.5	0.45	600	70

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Explica las condiciones del experimento 9, 15 g de peso de relave (muestra), mL de reactantes (30 HBr, 10 HNO₃, 47 mL KOH), y la concentración de α .CD (1.44 g), pH=4, y 1.5 horas de tiempo, 70% de recuperación de oro., denominado en medio acido

Luego, en la tabla 26 siguiente, se resume los resultados de recuperación del oro a partir de relaves auríferos.

Tabla 26

Resultados: resumen de experimentos en medio ácido y oro recuperado

Exper	ACD g	pH	Tiempo Hr	% Rec Au	W relave g	W mg Au/mL, total	W mg Au/mL, Rec
1	1	3	1	75	15	0.043	0.032
2	1	6	1	89	15	0.043	0.038
3	3	3	1	80	15	0.043	0.034
4	3	6	1	71	15	0.043	0.031
5	1	3	2	74	15	0.043	0.032
6	1	6	2	69	15	0.043	0.029
7	1	3	2	71	15	0.043	0.031
8	3	6	2	57	15	0.043	0.024
9	1.44	4	1.5	70	15	0.043	0.030
10	1.44	4	1.5	70	15	0.043	0.030
11	1.44	6	1.5	72	15	0.043	0.031

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: en la tabla 26, se muestran los resultados de los experimentos en laboratorio. Además, se observan las concentraciones de α -CD, pH, y tiempo. % de recuperación en cada fila, luego el peso ensayado de relave. En la quinta columna está la cantidad de oro en peso total en mg Au/mL en cada muestra. Finalmente, en la sexta columna se encuentra la cantidad recuperada. Siendo el 89 % de recuperación de oro para los factores principales de 1 g de α -CD, de pH= 6 y en tiempo de 1 hora, para el peso de relave concentrado de 15 g.

A continuación, se presenta el método 2, en la tabla siguiente, los resultados de lixiviación con α -CD en medio alcalino.

Tabla 27

Resultados resumen de experimentos y recuperación de Au en medio alcalino.

N° exp	ACD g	pH	Tiempo hr	% Rec	Au W relave g	W mg Au/L	Cant rec Au mg/L
1	0.25	10	24	96.3	500	4.25	4.10
2	0.5	10	24	96.3	500	4.25	4.10
3	0.25	11	24	96.6	500	4.25	4.11
4	0.5	11	24	96.3	500	4.25	4.09
5	0.025	10	144	92.6	500	4.25	3.93
6	0.5	10	144	92.6	500	4.25	3.94
7	0.25	11	144	92.6	500	4.25	3.94
8	0.5	11	144	92.6	500	4.25	3.94
9	0.26	10.5	72	96.0	500	4.25	4.00
10	0.26	10.5	72	96.0	500	4.25	4.00
11	0.26	10.5	72	96.04	5000	4.25	4.00

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: Se observa los resultados, de los experimentos a nivel de laboratorio en a pH alcalino, el relave se disolvió con 2000 mL de agua. el mayor porcentaje de recuperación de oro, se obtuvo de 96.6%; con la concentración de α -CD de 0.26 g, a pH de 11 y en tiempo de 24 horas, la muestra del experimento fue de 500 g de relave.

3.3 Resultados de la concentración inicial de oro en el relave aurífero

En las siguientes tablas 28 y 29, se presentan las concentraciones iniciales de oro contenido en el relave aurífero. Se empleó un kg de muestra, realizado por el método de ensayo a fuego para oro Newmont por gravimetría en el laboratorio químico.

Tabla 28

Resultado del contenido inicial de Au en el relave aurífero (alcalino), de muestra de Secocha y Yanaquihua

Malla +200		Malla -200		Au	
%	g/t	%	g/TM	g/t	oz/t
4,8	20,8	95,2	17,42	17,58	0,5129

Fuente: elaboración propia, 2022

Interpretación: la tabla 28, muestra la concentración inicial del contenido metálico de oro en el relave aurífero a malla -200 (95.2%), con el valor de 17.58 g Au/t.

Tabla 29

Super concentración del contenido inicial de Oro por Newmont gravimetría (acido).

Muestra	Descripción	Malla +200		Malla -200		Au	
		%	g/TM	%	g/TM	g/TM	Oz/TC
Secocha/ yanaquihua	concentrado	7.56	128.4	92.44	113.8	114.8 7	3.3511

Fuente: elaboración propia, 2022

Interpretación: muestra el contenido metálico en el relave previa super concentración a partir del relave inicial a malla -200, con el valor de 114.8 g Au/t

3.4 Resultados de lixiviación del relave aurífero con alfa ciclodextrina

El método de lixiviación fue alternativo empleando bromo, respecto al tradicional (cianuración) Por tanto, esta lixiviación requirió del acomplejante y oxidante, donde los acomplejantes en este caso es el ion bromuro (Br^-) que son los ligandos; y el agente oxidante es el ácido bromohídrico (HBr), donde se oxida primero a Au^3 por HOBr (a. hipobromoso) para luego convertirse a AuBr_4^- .

Parte de la lixiviación paralela del relave aurífero, se hizo cianuración (NaCN) a escala de laboratorio como experimento de control y comparación, la estimación de recuperación de oro, ver en tabla siguiente

Tabla 30

Lixiviación del relave aurífero con Cianuro de sodio (NaCN) al 0.2% de concentración.

Muestra	NaCN Concentración %	pH	Tie mpo Hor as	Ley inicial de Au mg/L	Ley recuperada de oro mg/L	Diferencia de Au mg/L	Estimación de recuperación de oro %
1	0.2	11	6	5.89	5.21	0.68	88
1	0.2	11	8	5.89	5.26	0.63	89
1	0.2	11	10	5.89	5.52	0.37	93
1	0.2	11	14	5.89	5.52	0.37	93
1	0.2	11	19	5.89	5.6	0.29	95
2	0.2	11	8	5.89	5.34	0.55	91
2	0.2	11	19	5.89	5.49	0.4	93
3	0.2	11	19	5.89	5.6	0.29	95
4	0.2	11	19	5.89	5.63	0.26	96
5	0.2	11	19	5.89	5.41	0.48	92

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: En tabla anterior se observa el mayor porcentaje de recuperación de oro del relave aurífero, de 96%, en 19 horas, a pH 11 y concentración de α -CD de 2% (muestra 4). Donde se tiene valores similares a las recuperaciones realizadas con Alfa ciclodextrina en los experimentos por medio ácido y alcalino, presentados en ítems anteriores, considerándose buena recuperación entre ambos procesos ya descritos.

3.5 Resultados del tratamiento estadístico

El modelo estadístico para el **método 1** fue, utilizando un diseño factorial de tres factores (concentración de alfa-CD, pH y tiempo), con dos niveles (inferior y superior), sin repeticiones y puntos centrales, siendo el modelo así:

$$y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \gamma_k + (\alpha\beta)_{ij} + (\alpha\gamma)_{ik} + (\beta\gamma)_{ij} + (\alpha\beta\gamma)_{ijk} + \varepsilon_{ijk}$$

$$i = 1; 2 \quad j = 1; 2 \quad k = 1; 2$$

α_i : Efecto del i-esimo del nivel del factor concentración de $\alpha - CD$

β_j : Efecto del j-esimo del nivel del factor pH

γ_k : Efecto del k-esimo del nivel del factor tiempo

y_{ijk} : % recuperación en ácido

Tabla 31

Tres factores principales y dos niveles de diseño factorial.

Variable	Factor	Unidad	Nivel inferior (-)	Nivel Centro	Nivel superior (+)
X1	Concentración de $\alpha - CD$	g	1	1.44	3
X2	pH	Escala	3	4.5	6
X3	Tiempo	Horas	1	1.5	2

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: esta tabla explica la aplicación del diseño factorial consistente en tres factores principales, considerados como variables: X1, X2, y X3, que corresponde a la concentración de α -CD, pH, y tiempo en horas. Donde se señala los dos niveles inferior y superior, tal debe ser para el modelo.

Para realizar el análisis estadístico, representamos gráficamente por medio de un cubo, como se presenta en el siguiente gráfico 2.

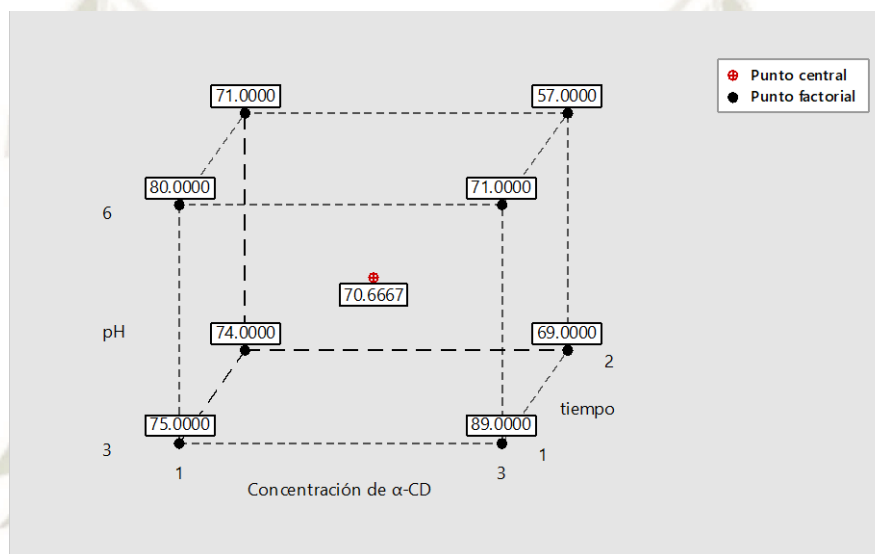


Gráfico 2
Cubos de medias ajustadas del % de recuperación de oro

Interpretación: representación de los tres factores principales: Concentración de α -CD (eje x), tiempo, (eje y) y pH (vertical) en cada lado del cubo. Los vértices representan puntos factoriales, mientras el punto central es el medio.

Análisis de supuestos

Se hizo un análisis de residuos estandarizados para verificar los supuestos de normalidad y homocedasticidad antes de aplicar el ANOVA. Ver gráfico 3

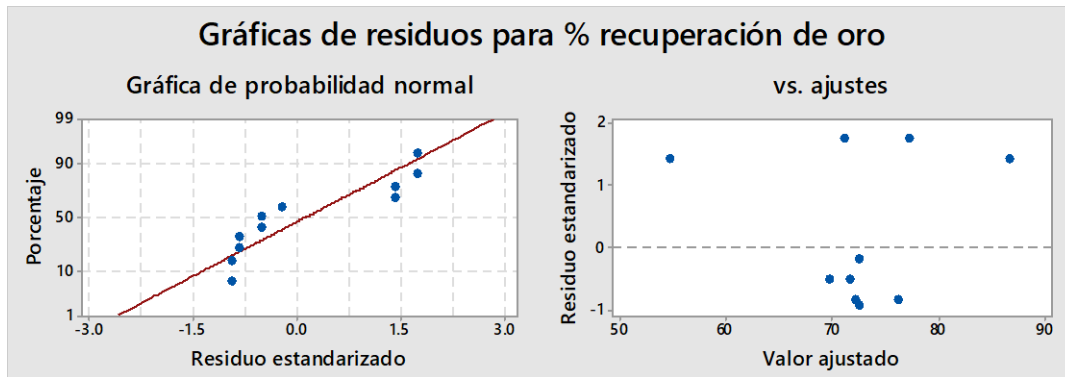


Gráfico 3
Residuos para % de recuperación de oro

Interpretación

Según el gráfico 3, parte izquierda, los residuos estandarizados siguen un comportamiento no sistemático alrededor de la línea recta, lo que nos indica que se distribuyen los datos de forma normal, en la parte derecha del gráfico 3, alrededor del eje horizontal (cero) los residuos siguen un comportamiento al alrededor a distancias similares, la varianza es la misma según los factores (homocedasticidad), de donde, satisface los supuestos para poder aplicar el ANOVA.

Análisis descriptivo-inferencial de los factores principales y las interacciones

Primero hacer un análisis descriptivo e inferencial, utilizando el gráfico de Pareto (gráfico 4) y el gráfico de probabilidad normal (gráfico 5), para determinar que componentes del modelo (factores e interacciones) son los que inciden con mayor importancia y significativamente sobre % recuperación de oro, ver gráfico 4.

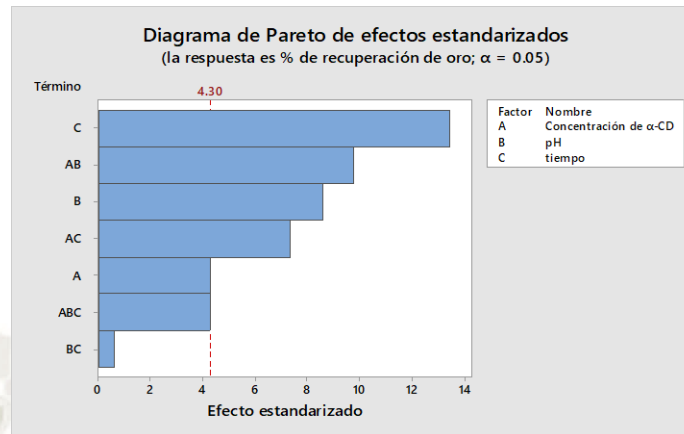


Gráfico 4
Diagrama de Pareto de efectos estandarizados (función respuesta del % de recuperación de oro $\alpha = 0.05$).

Interpretación: En este diagrama de Pareto, para la función respuesta del % de recuperación de oro, con un error del 5% y confianza del 95%, se observa al factor tiempo, interacción entre concentración de α -CD y pH, pH e interacción entre concentración α -Cd y tiempo son las influyentes

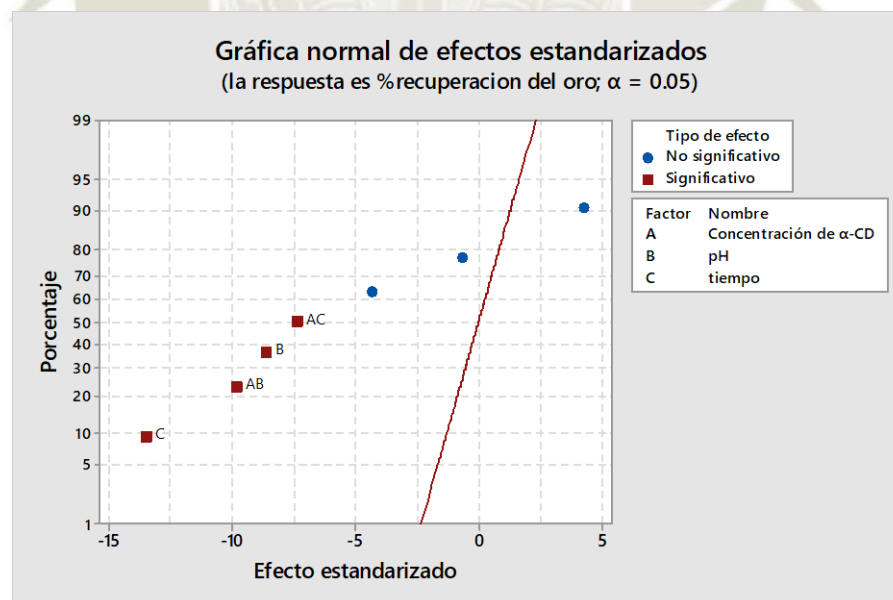


Gráfico 5
Normal de efectos estandarizados ((función respuesta del % de recuperación de oro $\alpha = 0.05$).

Interpretación

Los factores pH y tiempo (factores principales), y los factores de interacción: concentración de α -CD y pH; concentración de α -CD y tiempo, tienen un efecto significativo sobre % de recuperación de oro, se muestra en el gráfico de Pareto, los que superan la línea roja vertical, lo mismo se observa en la gráfica de probabilidad normal donde están indicados de color rojo.

Análisis inferencial de los factores principales y las interacciones

Para analizar los efectos de los factores, las interacciones y los puntos centrales sobre la variable de respuesta, se hizo el análisis de varianza (ANOVA), cuyos resultados se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 32
Análisis de las varianzas en medio ácido.

Fuente	GL	SC Ajust	MC Ajust	Valor F	Valor p
modelo	8	604.61	75.508	56.63	0.017
lineal	3	364.500	121.500	91.13	0.011
Concentración de α -CD	1	24.500	24.500	18.37	0.050
pH	1	98.000	98.000	73.50	0.013
tiempo	1	242.000	242.000	181.50	0.005
Interacciones de 2 términos	3	200.500	66.8323	50.13	0.020
Concent α -CD*pH	1	128.000	128.000	96.00	0.010
Concent α -CD*tiempo	1	72.000	72.000	54.00	0.018
pH*tiempo	1	0.500	0.500	0.38	0.603
Interacciones de 3 términos	1	24.500	24.500	18.38	0.050
Concentración α -CD*pH*tiempo	1	24.500	24.500	18.38	0.050
curvatura	1	14.561	14.561	10.92	0.081
error	2	2.667	1.333		
total	10	606.727			

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación

Según la tabla anterior, comparando los resultados con un nivel de error del 5%, ($\alpha = 0.05$), y predicción de confianza de 95% de los efectos de los factores: concentración de α -CD, pH y tiempo son significativos sobre % de recuperación de oro. Los efectos de las interacciones de: concentración de α -CD y pH, como concentración de α -CD y tiempo son significativos sobre % de recuperación de oro y el efecto de la interacción de concentración de α -CD, pH y tiempo es también significativos sobre % de recuperación de oro. No hay efecto significativo de la curvatura.

Tabla 33

Ajuste del modelo.

s	R-R cuad.	R-ajustado	Pred
1.15470	99.56%	97.80%	

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación

El coeficiente de determinación $R^2 = 99.56\%$, de la tabla anterior, indica que es un buen ajuste de los datos al modelo utilizado.

Análisis gráfico de los factores principales y las interacciones

Efectos principales

Podemos observar lo anterior con mayor detalle en los gráficos 6 y 7:

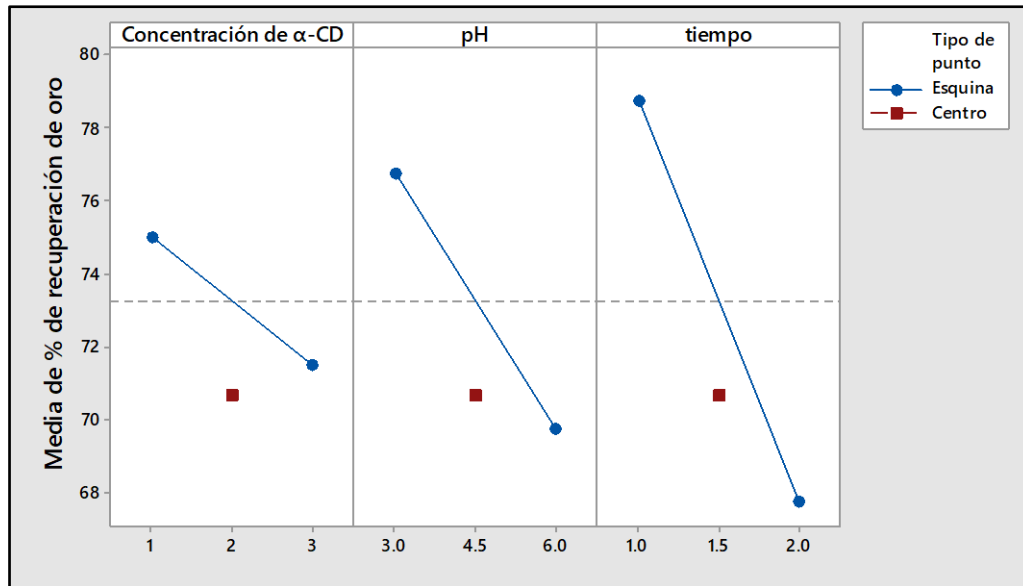


Gráfico 6
Efectos principales para % de recuperación de oro (medias ajustadas).

Interpretación

En el gráfico anterior, se observa que con la concentración de α -CD de 1 g. producen un % de recuperación de oro del 75%; con un pH de 3 se produce un % de recuperación de oro del 77%, y con un tiempo de 1 hora, se produce un % de recuperación de oro del 79%. Además, la distancia que hay entre el punto rojo (promedio de los puntos centrales) con respecto a la línea que une los niveles de cada factor se encuentra próxima, esto sugiere que no hay la presencia de una curvatura, como nos indica los resultados en la tabla del ANOVA.

Efectos de interacción: Están α -CD con pH; α -CD con t, pH con t, ver gráfico 7

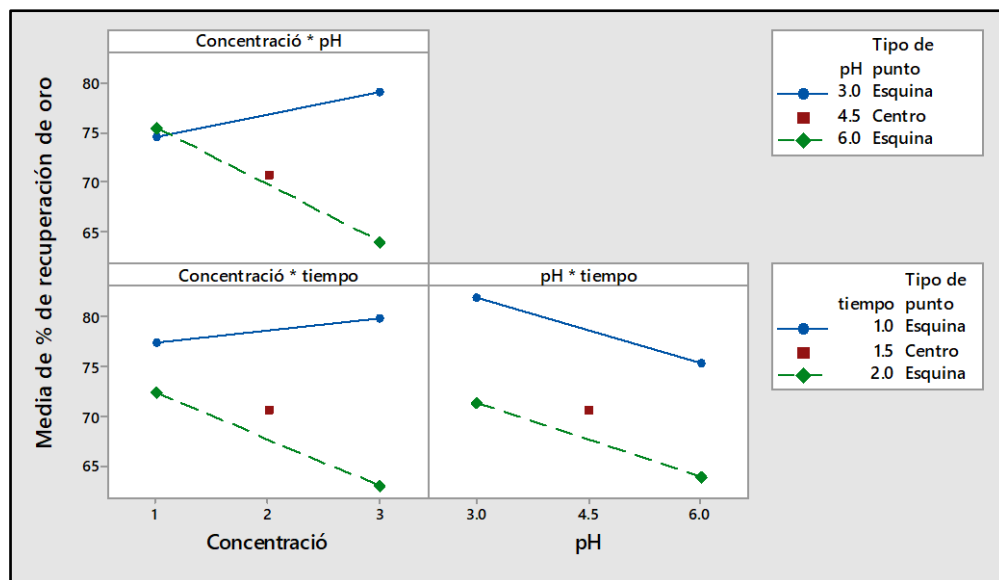


Gráfico 7
Interacción para % de recuperación del oro (medias ajustadas).

Interpretación

Las gráficas de interacción indican que con la concentración de α -CD de 3 g y pH de 3, se obtuvieron un % mayor de recuperación de oro (80%), el mismo % de recuperación se observa con una concentración de α -CD de 3 g y un tiempo de 1 hora; en cambio, no se observa que haya una interacción entre el pH y tiempo. Además, se observa que la distancia que hay entre el punto rojo (promedio de los puntos centrales) con respecto a una de las líneas que une los niveles de cada factor se encuentra próxima, esto sugiere que no hay la presencia de una curvatura, como nos indica los resultados en la tabla del ANOVA.

El aumento en los valores de la concentración de α -CD, pH y tiempo (factores principales), producen una disminución en el porcentaje de recuperación de oro. Siendo el de mayor efecto el tiempo.

En las interacciones, al incrementar los niveles de la concentración en forma conjunta entre la concentración de α -CD y pH, como la concentración de α -CD y tiempo, tienen un efecto en la disminución en % de recuperación de oro, siendo el más significativo el de la concentración de α -CD y pH.

Ecuación de regresión

Como no hay presencia de curvatura, según los resultados de la tabla ANOVA, entonces la ecuación de regresión estará dada por:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{12} X_{12} + \beta_{13} X_{13} + \beta_{23} X_{23} + \varepsilon$$

Donde:

β_0 : Término independiente

β_1 : Coeficiente del efecto asociado a la concentración de α -CD

β_2 : Coeficiente del efecto asociado al pH

β_3 : Coeficiente del efecto asociado al tiempo

β_{12} : Coeficiente del efecto asociado a la concentración de α -CD y al pH

β_{13} : Coeficiente del efecto asociado a la concentración de α -CD y al tiempo

β_{23} : Coeficiente del efecto asociado al pH y al tiempo

ε : Error aleatorio.

La ecuación de regresión en el modelo poblacional estará dada por:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{12} X_{12} + \beta_{13} X_{13} + \beta_{23} X_{23} + \varepsilon$$

Tabla 34

Coeficientes codificados.

Término	Efecto	Coef	EE del coef	Valor t	Valor p	VIF
constante		73.250	0.408	179.43	0.000	1
Conc α -CD	-3.500	-1.750	0.408	-4.29	0.050	1
pH	-7.000	-3.500	0.408	-8.57	0.013	1
tiempo	-11.000	-5.500	0.408	-13.47	0.005	1
Conc α -CD*pH	-8.000	-4.000	0.408	-9.80	0.010	1
Conc α -CD*tiempo	-6.000	-3.000	0.408	-7.35	0.018	1
pH*tiempo	-0.500	-0.250	0.408	-0.61	0.603	1
Conc -Acd*tiempo*pH	3500	1.750	0.408	4.29	0.050	1
Pto central		-2.583	0.782	-3.30	0.081	1

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: En coeficientes codificados, en tiempo posee un valor de probabilidad menor a α , indica significancia.

Cuya ecuación de regresión estimada no codificados con reajuste está dada por:

$$Y = 72.545 - 1.75X_1 - 3.5X_2 - 5.5X_3 - 4X_{12} - 3X_{13}$$

X_1 : Concentración de α -CD

X_2 : pH

X_3 : Tiempo

X_{12} : Concentración de α -CD y pH

X_{13} : Concentración de α -CD y tiempo

Tabla 35

Coefficientes no codificados.

Término	Efecto	Coef	EE del Coef	Valor t	Valor p	VIF
constante		72.545	0.876	82.79	0.000	
Conc α -CD	-3.50	-1.75	1.03	-1.70	0.149	1.00
pH	-7.00	-3.50	1.03	-3.41	0.019	1.00
tiempo	-11.00	-5.50	1.03	-5.35	0.003	1.00
Conc α -CD*pH	-8.00	-4.00	1.03	-3.89	0.011	1.00
Conc α -CD*tiempo	-6.00	-3.00	1.03	-2.92	0.033	1.00

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: son valores reales del ANOVA, donde el valor de probabilidad para el tiempo ($p=0.003$), es significativa.

Ecuación de regresión en unidades no codificadas es:

$$\begin{aligned} \% \text{ recuperación de oro} = & 61.0 + 19.25 \text{ Concentración de } \alpha\text{-CD} + 3.00 \text{ pH} \\ & + 1.00 \text{ tiempo} - 2.667 \text{ Concentración de } \alpha\text{-} \\ & \text{CD} * \text{pH} - 6.00 \text{ Concentración de } \alpha\text{-CD} * \text{tiempo} \end{aligned}$$

La ecuación de regresión en unidades no codificadas es:

$$Y = 61 - 19.25X_1 + 3X_2 + 1X_3 - 2.667X_{12} - 6X_{13}$$

Donde:

X_1 : Concentración de α -CD

X_2 : pH

X_3 : Tiempo

X_{12} : Concentración de α -CD y pH

X_{13} : Concentración de α -CD y tiempo.

La superficie de respuesta es:

La superficie de respuesta definida en la ecuación anterior, al carecer de términos cuadráticos, proporciona una superficie plana como puede observarse en el siguiente gráfico 8.

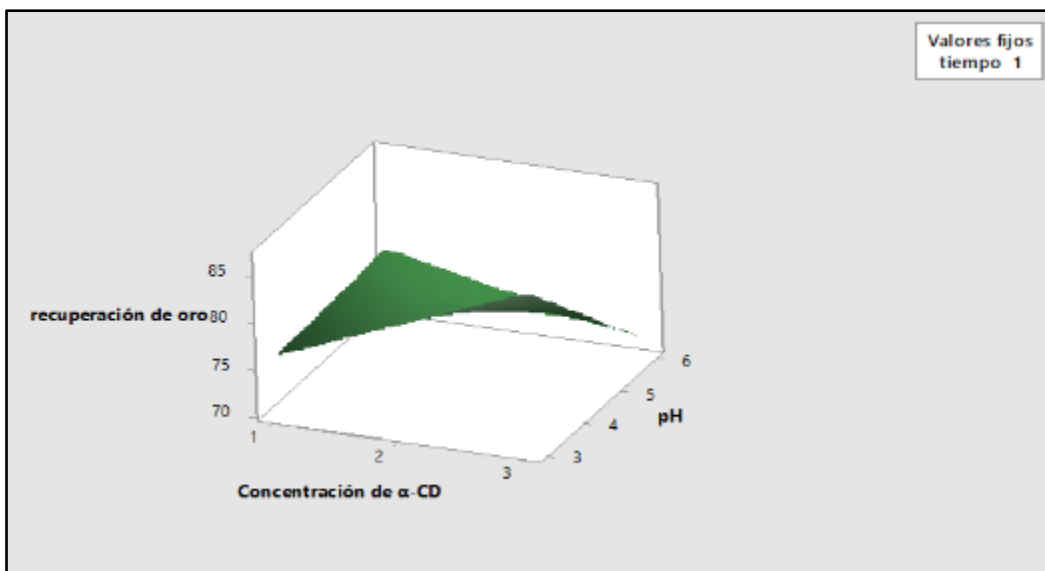


Gráfico 8
Superficie de respuesta del % recuperación de oro entre Conc α -CD vs pH, tiempo 1 fijo.

Interpretación: Por tanto, la optimización, obtenemos: para la concentración de α -CD, con el valor de 3, pH cuyo valor es de 3, y tiempo de 1; reemplazando en la ecuación de regresión en unidades no codificadas:

$$Y = 61 + 19.25X_1 + 3X_2 + 1X_3 - 2.667X_{12} - 6X_{13}$$

$X_1 = 3$: Concentración de α -CD

$X_2 = 3$: pH

$X_3 = 1$: Tiempo

X_{12} : Concentración de α -CD y pH

X_{13} : Concentración de α -CD y tiempo

$$Y = 61 + 19.25(3) + 3(3) + 1(1) - 2.667(3)(3) - 6(3)(1) = 86.747$$

Luego se estableció la predicción de respuesta múltiple, ver tabla 36.

Tabla 36

Predicción de respuesta múltiple.

Variable	Valor de la configuración
Concentración de α -CD	3
pH	3
tiempo	1

Fuente: elaboración propia, (2022)

Tabla 37

Respuesta.

% de recuperación de oro	Ajuste	EE de ajuste	de IC de 95%	IP de 95%
	86.79	2.46	80.47; 93.12	77.01; 96.58

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: el modelo hizo buen ajuste para el % de recuperación del oro con los valores de α -CD, con valor de 3 g, pH, cuyo valor es 3 y tiempo de una hora, donde resulta el 86.79%

Esto se ilustra con el gráfico 9, de predicción de respuesta múltiple, ver en seguida.

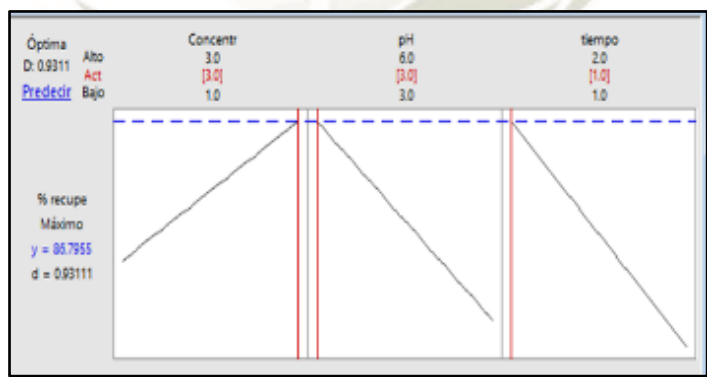


Gráfico 9

Predicción de respuesta múltiple.

Interpretación

El tiempo en nivel inferior es el factor que tiene mayor efecto de incidencia en el % de recuperación de oro, seguido del pH en el nivel también inferior. La interacción con una concentración de α -CD de 3 g y pH de 3, se obtienen un % mayor de recuperación de oro del 80%, el mismo % se obtiene con una concentración de α -CD de 3 g y un tiempo de 1 hora. Finalmente, la interacción de la concentración de α -CD de 3 g, pH de 3 y tiempo de 1 hora se encuentra la respuesta más óptima sobre el % de recuperación de oro, se estima la predicción en 86.747%, la recuperación del oro cuando se utilice esos niveles de los tres factores.

Del mismo modo se realizó el tratamiento estadístico para el **método 2**; siendo el modelo estadístico:

$$y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \gamma_k + (\alpha\beta)_{ij} + (\alpha\gamma)_{ik} + (\beta\gamma)_{ij} + (\alpha\beta\gamma)_{ijk} + \varepsilon_{ijk}$$

Donde:

$$i = 1; 2 \quad j = 1; 2 \quad k = 1; 2$$

α_i : Efecto del i-esimo del nivel del factor concentración de $\alpha - CD$

β_j : Efecto del j-esimo del nivel del factor pH

γ_k : Efecto del k-esimo del nivel del factor tiempo

y_{ijk} : % recuperación en medio alcalino.

Para realizar el análisis estadístico, representamos gráficamente por medio de un cubo, como se presenta en el siguiente gráfico 10.

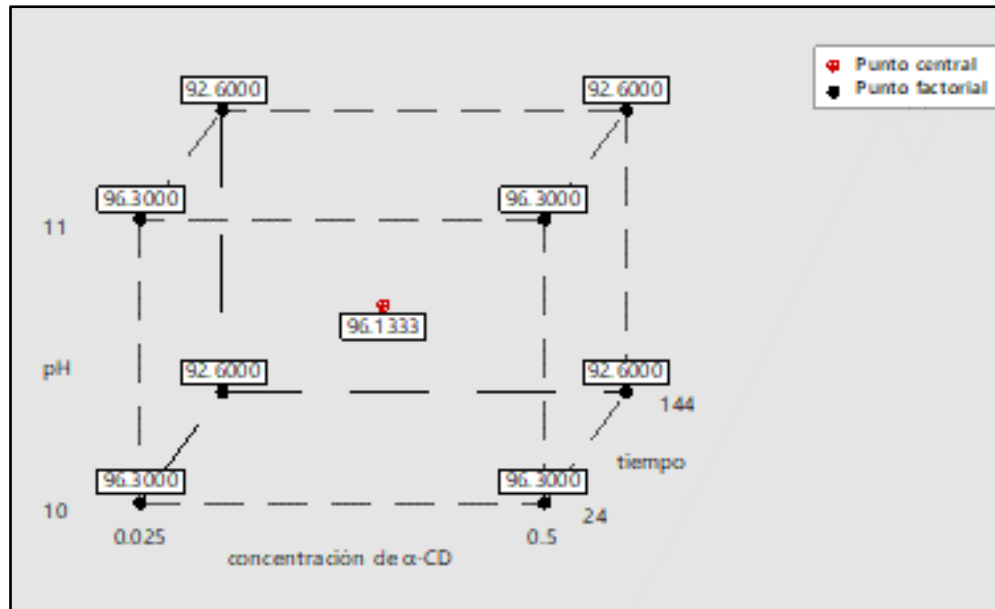


Gráfico 10
Cubos (medias ajustadas) de % de recuperación de oro.

Interpretación:

Representación de los factores principales en cada lado del cubo: concentración de α -CD, tiempo y pH.

Análisis de supuestos

Se hizo el análisis de residuos estandarizados para verificar los supuestos de normalidad y homocedasticidad antes de aplicar el ANOVA. Ver gráfico 11.

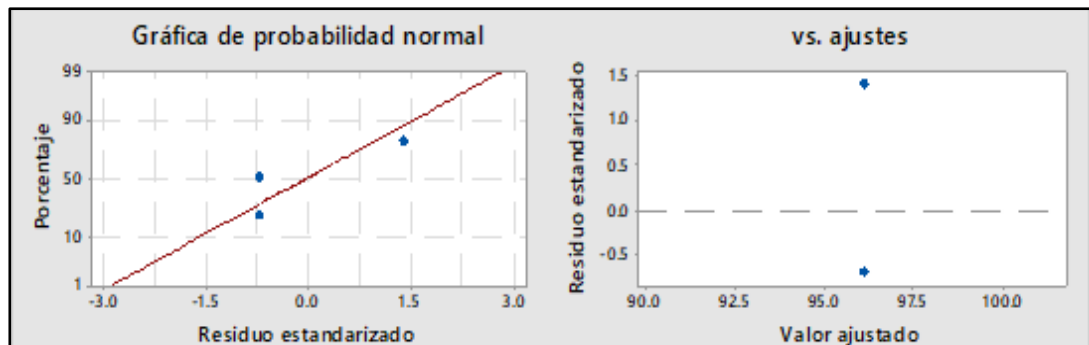


Gráfico 11
Residuos para % de recuperación del oro.

Interpretación

Según el gráfico anterior de la parte izquierda, los residuos estandarizados siguen un comportamiento no sistemático alrededor de la línea recta, lo que nos indica que se distribuyen los datos de forma normal, mientras el gráfico anterior de la parte derecha, indica que alrededor del eje horizontal (cero) los residuos siguen un comportamiento a distancias similares, la varianza es la misma según los factores (homocedasticidad), de donde podemos afirmar que satisface los supuestos para poder aplicar el ANOVA.

Análisis descriptivo-inferencial los factores principales y las interacciones

Primero se hizo el análisis descriptivo e inferencial, utilizando el gráfico de Pareto (ver gráfico 12) y el gráfico de probabilidad normal (ver gráfico 13), para determinar que componentes del modelo (factores e interacciones), los cuales inciden con mayor importancia y significativamente en el % recuperación de oro.

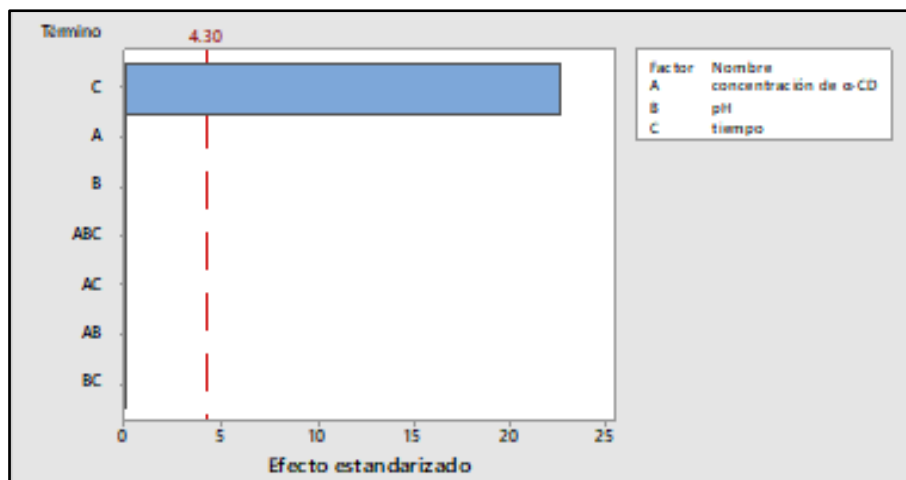


Gráfico 12
 Diagrama de Pareto de efectos estandarizados (la respuesta es % de recuperación de oro $\alpha = 0.05$).

Interpretación: aquí muestra la mayor significancia solo del tiempo, al superar la línea vertical de 4.30. Los demás factores principales como, pH concentración de α -CD, no son significativos, según este diagrama de Pareto.

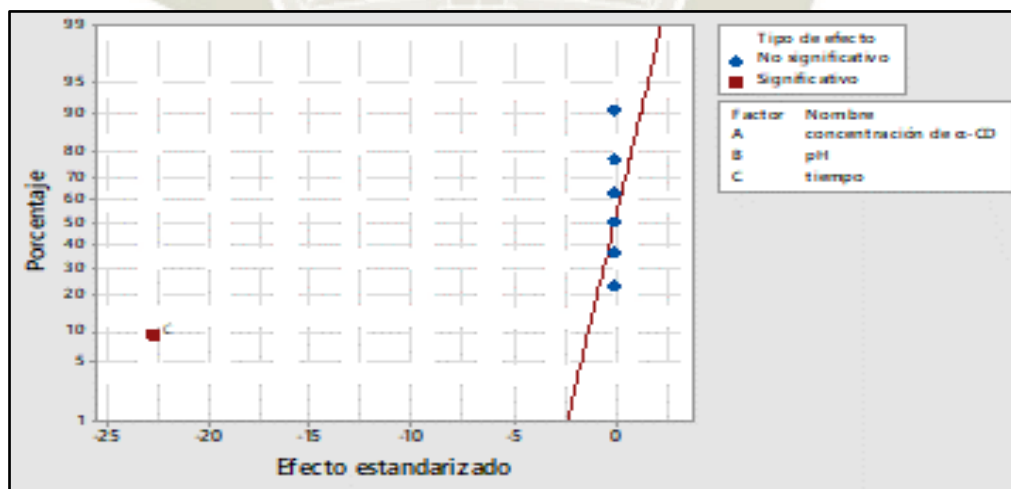


Gráfico 13
 Probabilidad normal de efectos estandarizados (la respuesta es % de recuperación de oro $\alpha = 0.05$).

Interpretación

El factor tiempo, tiene un efecto significativo en el % de recuperación de oro, se muestra en el gráfico de Pareto (gráfico 12), el tiempo supera la línea roja vertical; mientras se observa en la gráfica de probabilidad normal (gráfico 13) el punto de color rojo (tiempo), está a mayor distancia con respecto a la línea, siendo significativo también el tiempo. Los puntos de color azul próximos a la línea no son significativos

Análisis inferencial de los factores principales y las interacciones

Para analizar los efectos de los factores, las interacciones y los puntos centrales sobre la variable de respuesta, se hizo el análisis de varianza (ANOVA), cuyos resultados se muestran en la siguiente tabla 38:

Tabla 38

Análisis de las varianzas en medio alcalino.

Fuente	GL	SC Ajust	MC Ajust	Valor F	Valor p
modelo	8	33.5624	4.1953	78.66	0.013
lineal	3	27.3800	9.1267	171.12	0.006
Concentración de α -CD	1	0.0000	0.000	0.00	1.000
pH	1	0.0000	0.000	0.00	1.000
tiempo	1	27.3800	27.3800	513.37	0.002
Interacciones de 2 términos	3	0.0000	0.0000	50.13	1.000
Concent α -CD*pH	1	0.0000	0.0000	0.00	1.000
Concent α -CD*tiempo	1	0.0000	0.0000	0.00	1.000
pH*tiempo	1	0.0000	0.0000	0.00	1.000
Interacciones de 3 términos	1	0.0000	0.0000	0.00	1.000
Concentración α -CD*pH*tiempo	1	0.0000	0.0000	0.00	1.000
curvatura	1	6.1824	6.1824	115.92	0.009
error	2	0.1067	0.0533		
total	10	33.6691			

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación

De los resultados de la tabla anterior del análisis de varianza, el efecto del tiempo es significativo en el % de recuperación de oro, donde la probabilidad es $=0.002 < \alpha = 0.05$. Además, hay efecto significativo de la curvatura, $p\text{-valor}=0.009 < \alpha = 0.05$. En la tabla siguiente se ve el ajuste del modelo

Tabla 39

Ajuste del modelo.

s	R-R cuad.	R-ajustado	Pred
0.230940	99.68%	98.42%	

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: el modelo hizo el ajuste para el efecto de la curvatura, obteniendo el de 99.68%, lo cual refleja que el coeficiente de determinación $R^2 = 99.68\%$, (tabla 39), indica que es un buen ajuste de los datos al modelo utilizado.

Análisis gráfico de los factores principales y las interacciones

Efectos principales

Podemos observar lo anterior con más detalle en los siguientes gráficos (14 y 15):

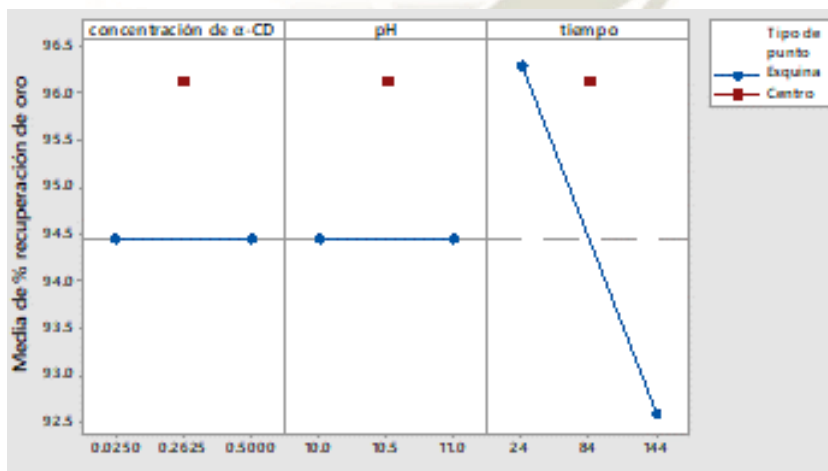


Gráfico 14

Efectos principales para % de recuperación de oro medias ajustadas.

Interpretación

En el gráfico anterior se observa, que con respecto los factores concentración de α -CD y pH, no presentan efecto lineal significativo por no presentar cambio con respecto a sus niveles, pero si un efecto cuadrático (curvatura) por estar alejados de la línea central en ambos casos; en el caso del factor tiempo presenta en nivel inferior de 24 horas un mayor % de recuperación de oro del 96.25% aproximadamente. Además, la distancia que existe entre el punto rojo (promedio de los puntos centrales) con respecto a la línea horizontal que une los niveles de los factores concentración de α -CD y pH se encuentra alejadas, esto sugiere que hay efecto lineal significativo y la presencia de curvatura es significativa, como nos indica los resultados en la tabla del ANOVA, para este caso.

Efectos de interacción: se realizó como se muestra en el siguiente gráfico:

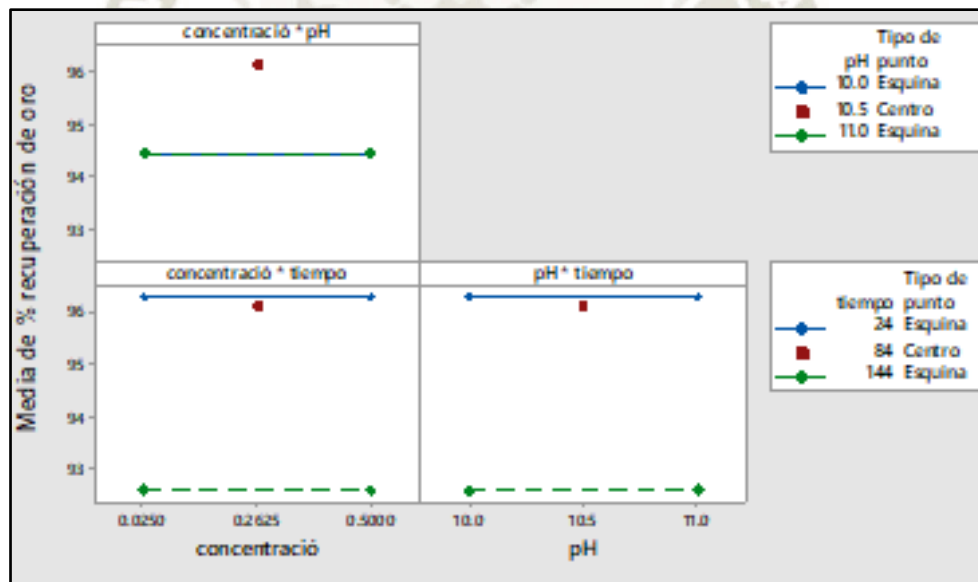


Gráfico 15
Interacción para % de recuperación de oro medias ajustadas

Interpretación

Las gráficas anteriores nos indican la interacción de la concentración de α -CD, pH, además no hay interacción entre el pH y tiempo. Sin embargo, se observa que la distancia que hay entre el punto rojo (promedio de los puntos centrales) con respecto a una de las

líneas que une los niveles de cada factor se encuentra alejada, esto sugiere que hay la presencia de una curvatura, como nos indica los resultados en la tabla del ANOVA.

Ecuación de regresión

Como hay presencia de curvatura, según los resultados de la tabla 40 ANOVA, entonces la ecuación de regresión estará dada por:

$$Y = \beta_0 + \beta_3 X_3 + \beta_{12} X_{12} + \beta_{13} X_{13} + \beta_{23} X_{23} + \varepsilon$$

β_0 : Término independiente

β_1 : Coeficiente del efecto asociado a la concentración de α -CD

β_2 : Coeficiente del efecto asociado al pH

β_3 : Coeficiente del efecto asociado al tiempo

β_{12} : Coeficiente del efecto asociado a la concentración de α -CD y al pH

β_{13} : Coeficiente del efecto asociado a la concentración de α -CD y al tiempo

β_{23} : Coeficiente del efecto asociado al pH y al tiempo

ε : Error aleatorio

La ecuación de regresión en el modelo poblacional estará dada por:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{12} X_{12} + \beta_{13} X_{13} + \beta_{23} X_{23} + \varepsilon$$

Tabla 40

Coefficientes codificados.

Fuente	GL	SC ajuste	MC ajuste	Valor F	Valor p
modelo	7	33.5624	4.79463	134.85	0.001
lineal	3	0.3327	0.11090	3.12	0.188
Conc α -CD	1	0.2398	0.23983	6.75	0.081
pH	1	0.0000	0.00000	0.00	1.000
tiempo	1	0.0618	0.06177	1.74	0.279
Cuadrado	1	6.1824	6.18242	173.88	0.001
Conc α -CD*conc α -CD	1	6.1824	6.18242	173.88	0.001
Interaccion de 2 factores	3	0.0000	0.00000	0.000	1.000
Conc α -CD*pH	1	0.0000	0.00000	0.000	1.000
Conc α -CD*tiempo	1	0.0000	0.00000	0.000	1.000
pH*tiempo	1	0.0000	0.00000	0.000	1.000
error	3	0.1067	0.03556		
Falta de ajuste	1	0.0000	0.00000	0.000	1.000
Error puro	2	0.1067	0.05333		
total	10	33.6691			

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: el modelo para llegar a la respuesta de % de recuperación de oro, a la curvatura (cuadrado), donde el valor p, es menor a α . Como se observa en la esta tabla anterior, para los valores codificados según la ecuación de curvatura como resultados de ANOVA.

Ecuación de regresión en unidades codificadas

Luego cuya ecuación de regresión estimada codificados con reajuste está dada por:

$$Y = 96.1333 - 1.85X_3 - 1.6833 X_1^2$$

X_1 : Concentración de α -CD

X_3 : Tiempo, ver tabla 41 de codificados.

Tabla 41

Coefficientes codificados.

Término	Efecto	Coef	EE del Coef	Valor T	Valor p	VIF
Constante		96.1333	0.0667	1442.0	0.000	
tiempo	-3.7000	-1.8500	0.0408	-45.32	0.000	1.00
Conc α -CD*conc α -CD	-3.3667	-1.6833	0.0782	-21.53	0.000	1.00

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: luego los valores en unidades codificados con ajuste, se observa el valor de p, es menor a α , para el factor principal de tiempo.

Luego, tenemos la ecuación de regresión en unidades codificados

% recuperación de oro = 96.1333 - 1.8500 tiempo - 1.6833 concentración de α -CD*concentración de α -CD

Teniendo la siguiente superficie de respuesta, ver en el gráfico siguiente:

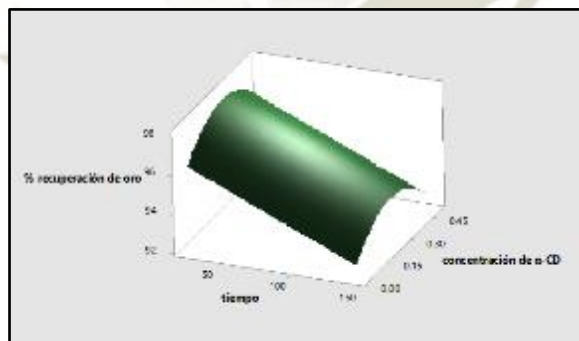


Gráfico 16

*Superficie del % de recuperación de oro vs concentración de α -CD*conc α -CD.*

Interpretación: en este gráfico 16, nos muestra los factores importantes son la concentración de α -CD (cuadrado) y tiempo, para el % de recuperación de oro, siendo de 97.98%, como se ve a continuación.

A continuación, se encontró los valores óptimos:

Tabla 42

Valores óptimos para predicción de respuesta múltiple.

Variable	Valor de la configuración
Concentración de α -CD	0.2625
Tiempo- horas	24

Fuente: elaboración propia, (2022)

Interpretación: se observa los valores optimizados por el modelo, cuyos valores para la concentración. de α -CD y tiempo de 24 horas.

Tabla 43

Respuesta en medio alcalino.

% de recuperación de oro	Ajuste	EE de ajuste	IC de 95%	IP de 95%
	97.9833	0.0782	97.8031; 98.1636	97.6618; 98.3049

Fuente elaboración propia, (2022)

Interpretación: aquí se observa el % de recuperación de oro, con valores codificados en la ecuación ajustados. A tomado al tiempo lineal porque es significativo (tendrá valor de -1), en cambio se considera en cuadrático al α -CD (tendrá valor cero), por tanto el valor optimo es de 97.98 %, en experimentos en pH alcalino. Indica también el intervalo de confianza (IC), alto, así como el intervalo de probabilidad (IP) al 95% de confianza.

En seguida reemplazando los valores encontrados en la ecuación de regresión codificados, se obtiene el optimizado:

$$Y = 96.1333 - 1.85X_3 - 1.6833 X_1^2$$

$X_1 = 0.2625$: Concentración de α -CD

$X_3 = 24$: Tiempo

Valores codificados

$X_1 = 0$

$X_3 = -1$

$$Y = 96.1333 - 1.85(-1) - 1.6833(0) = 97.9833$$

Esto se ilustra con el siguiente gráfico de respuesta múltiple:

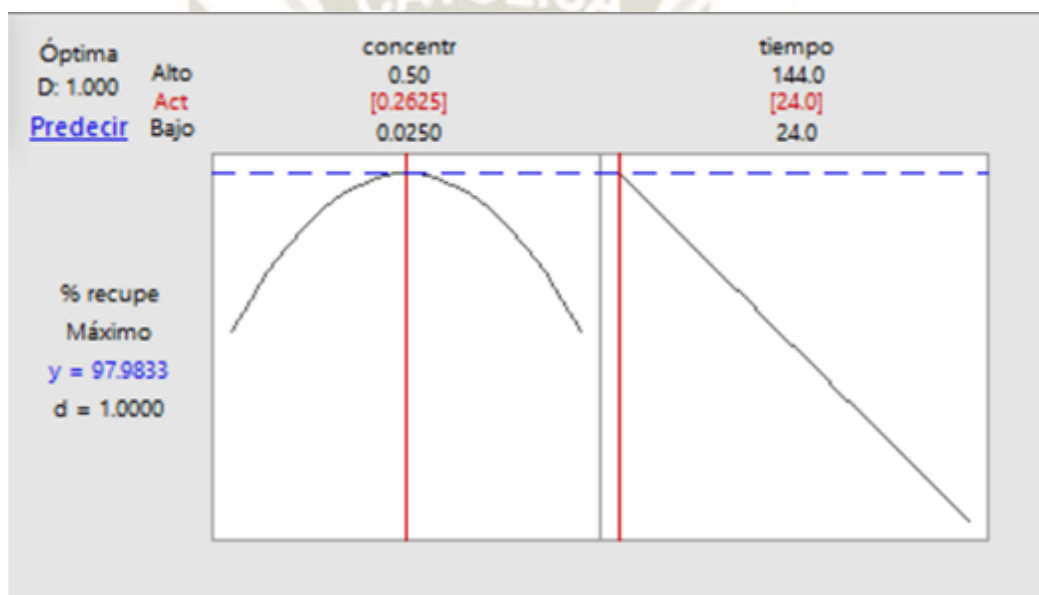


Gráfico 17
Predicción de respuesta múltiple en medio alcalino.

Interpretación:

El tiempo de 24 horas, es el factor que tiene mayor efecto de incidencia en el % de recuperación de oro.

Hay presencia de curvatura significativa, lo cual indica que el modelo no es lineal. El término cuadrático significativo que se identifica en el análisis de los coeficientes de regresión es el de la concentración de α -CD cuyo valor que optimiza el % de recuperación de oro es de 0.2625, el cual genera un porcentaje máximo de recuperación oro del 97.9833%.

DISCUSION DE RESULTADOS

La recuperación de oro, es de dos métodos universales tradicionales y alternativos, en este último está la molécula alfa ciclodextrina. Además, la cinética de reacción, está en función principal de granulometría, tiempo, concentración del reactivo extractante o hospedero (α -CD) en este caso; agitación (oxígeno), matriz de relave (natural de contenido inicial metálico o concentración de oro), pH y asociaciones mineralógicas (mineral refractario o no refractario).

La caracterización de la granulometría, es importante en la cinética de lixiviación y favorece la recuperación en cuanto sea muy pequeño mejor, se obtuvo ahora de 0.11 mm (p(80), (malla-200= 0.074 mm el 58%, siendo fino). Fue estudiado el relave por microscopio óptico (MO), donde se determinó la composición mineralógica de elementos como: pirita, hematita, galena, covelina, calcopirita, cuarzo, goethita, oro, electrum (Au,Ag), esfalerita, sericita, bornita y jamesonita; a su vez se usó el microscopio electrónico de barrido (MEB), para conocer la caracterización puntual de asociaciones mineralógicas de micrografía de partículas de oro en relave, determinando tamaños nanométricos, micrométricos y macrométricos y fueron para conocer si es refractario (asociados a óxidos y sulfuros) con esto se diseñaron los procedimientos experimentales de recuperación, a comparación de otros investigadores no realizaron.

Para el presente caso en recuperación de oro a partir de relaves auríferos para reciclar estos, se hizo diseño factorial de 2^k , donde los factores principales fueron la concentración de α -CD, pH y tiempo, en ambos métodos 1 y 2 ya descritos en resultados, teniendo dos niveles mínimo y máximo entre 0.2625 y 3 g de α -CD, pH entre 3 y 11, finalmente tiempo de 1 a 144 horas; luego de optimizar los valores óptimos se alcanzó a una recuperación de oro de 86.7% en medio ácido, que equivale a 0.04 mg Au/mL; por otro lado se logró recuperar 97.98% de oro en medio alcalino, que equivale a 3.6 mg Au/L (para la concentración de α -CD de 0.2625, tiempo de 24 horas y pH de 11).

Cabe destacar, la concentración inicial de oro, en el relave, fue por el método de ensayo a fuego por Newmont de gravimetría, en la cual se obtuvo 17.58 g Au/t, empleado para el método alcalino. Para experimentos a pH ácido del método 1 fue necesario realizar preconcentración gravimétrica Knelson de 29 kg de relave, hasta obtener 289.7 g de material donde se obtuvo el contenido metálico de 114.87 g Au/t. de concentración inicial.

En la evaluación de lixiviación del relave aurífero empleando α -CD, resalta la disolución que intervienen tres procesos: físicos, químicos y electroquímicos; según la literatura disponible, por tanto, la disolución requiere de agentes acomplejantes y oxidantes; siendo conocido los complejos de oro, que vienen a ser el auroso y áurico (reacción con Br) de interés hidrometalúrgico.

En la estimación de eficiencia de recuperación de oro a partir de relaves auríferos con α -CD, acorde al diseño factorial para llegar a la respuesta objetivo, siguiendo los experimentos, se da importancia, al α -CD como buen hospedador de oro, en el grupo de los hidroxilos primarios por ser flexibles a solvatar.

En esta tesis del presente caso entre los métodos 1 y 2, descritos, es decir en medios ácido y alcalino respectivamente, los resultados fueron: optimizando la recuperación de oro luego del análisis de varianza en 86.747%, para la concentración de α -CD de 3 g y pH igual a 3 en tiempo de una hora por el método 1 en medio ácido. De similar forma el valor óptimo de recuperación de oro fue de 97.98% para la concentración de α -CD de 0.2625 g, y tiempo de 24 horas, en medio alcalino (pH= 11), siendo estos resultados particulares y distintos por tratarse de relaves auríferos y α -CD por vez primera.

Comparando con los antecedentes investigativos, si bien es cierto hace dos años, los autores (Anthony y otros, 2020), lixiviaron mineral aurífero insitu (no relave) de mina Shanono (Nigeria), siguiendo el protocolo de (Liu y otros, 2013) en donde uso α -CD (50 ml, 0,2 mol), logrando recuperar el 69% a pH 4, previa pre concentración gravimétrica y flotación del mineral; este resultado es menor a la obtenida en este estudio de relaves

auríferos, más aún estos investigadores han utilizado 194.5 g de α -CD (0,2 mol), esta cantidad es mucho mayor a la cantidad empleado en la presente.

En cambio, (Salcedo Laura, 2015), de igual modo trato mineral aurífero insitu (no relave) de mina Chaparra (Caraveli-Arequipa), donde utilizo 500 ppm (0.5 g) de α -CD, como agente lixivante extractor de oro a nivel de laboratorio; alcanzando recuperar 88% de oro a pH alcalino, siendo esta recuperación menor en comparación a la obtención en esta investigación de relaves auríferos, tratándose en el medio alcalino donde se logró alcanzar el 97.98%, el aporte primario fue la optimización con el tratamiento estadístico del análisis de ANOVA.

En similar proceso Liu y otros colaboradores, 2013; realizaron la separación de oro con restos electrónicos con el empleo de 1.44 g de α -CD, a pH entre 4 a 6; en dicho trabajo ya existía 58% de peso de oro, donde finalmente alcanzaron separar entre 77 y 78% de oro, proceso en medio ácido, si comparamos, también resulta menor el porcentaje de recuperación y eficiencia.

Por tanto, comparando con los antecedentes investigativos de la revisión bibliográfica disponible hasta la actualidad, el aporte sustancial es, de la mayor eficiencia de recuperación de oro, reciclando relaves auríferos, como se demostró en párrafos anteriores aplicando la optimización con ANOVA; donde los autores (Anthony, Abubakar, Atta, & Magaji, 2020), tan solo recuperaron el 69% de oro, a partir de mineral aurífero con 0.2 mol de α -CD, resultando menor comparado con 86.767% de recuperación de oro en este estudio en medio ácido. Cabe destacar y comparar también el trabajo de (Salcedo Laura, 2015), quien recupero el 88% de oro, a partir de mineral aurífero con 0.5 g de α -CD, reflejando menor comparado con el 97.98% de recuperación de oro en el presente estudio, en medio alcalino.

Otras investigaciones de relaves, pero recuperan con cianuro de sodio a 0.2 g/L, como (Rodríguez Romaní, 2019), en tiempo de 10 días, llegó a recuperar el 79.8% de oro, en pH 11. Así mismo; (Espinoza Huarilloclla, 2017), trató relaves a la concentración de 0.3% de cianuro de sodio, a pH entre 10.5 y 11.5, y logro recuperar 93% de oro.

(Ccarri, 2018), trató mineral oxidado fresco de oro, uso el reactivo Sandioss, a nivel de laboratorio, logrando recuperar el 93.98% de oro.

Así mismo (Palacios, 1996) trato mineral sulfurado insitu de oro (refractario), empleo sales oxidantes como ácido sulfúrico concentrado, cloruros y nitratos de sodio (denominado método severo), donde recupero 98% de oro. Cabe destacar también a (Navarro D. y otros, 2003) . lixiviaron el mineral fresco de oro con tiosulfato de amonio catalizada con ion cúprico desde un concentrado polimetálico (Chile), en donde extrajo 93 % de oro en 15 horas.



CONCLUSIONES

1. La granulometría característico determinado fue $P(80) = 0.11$ mm, que corresponde al 58% de malla -200 (0.074mm). En cuanto a las asociaciones de composición mineralógicas del relave aurífero detectados por microscopio óptico (MO) fueron: hematita, pirita, calcopirita, cuarzo, covelina, oro libre de 24 kilates, galena, bismutinita, plata, digenita, galena, goethita, electrum, halita, esfalerita, rutilo, periclasa, y alunita. Los elementos atómicos (w%) presentes observados por microscopio electrónico de barrido (MEB) fueron: Fe, Cu, Au, Ag, S, Mg, Al, Si, K, Ca, O₂, Pb, Bi, Na y Ti. Resultando la micrografía de partículas de oro, en tamaños nanométricos, micrométricos y macrométricos.
2. Se procedió con diseño factorial ($N = 2^K$), con 3 variables principales: α -CD, pH, y tiempo; de 2 niveles mínimo y máximo. Realizando 8 experimentos con adición de tres por efecto de curvatura y estimación de error, empleando el protocolo 2 adaptado (Liu y otros, 2013) en el método 1. en medio ácido. A su vez se aplicó el método 2, para la recuperación de oro del relave, en medio alcalino.
3. Se determinó la concentración inicial del contenido metálico de oro en el relave aurífero (característica química cuantitativa) por el método de ensayo a fuego por Newmont de gravimetría, obteniendo un valor de 17.58 g Au/t, empleado en medio alcalino (método 2). Mientras que para los experimentos a pH ácido del método 1, se realizó preconcentración gravimétrica vía Knelson, de 29 kg obteniendo 114.8 g Au/t. de contenido metálico inicial en el relave.
4. Se concluye la evaluación de lixiviación del relave con uso del α -CD, fue posible, cuya disolución de oro es un proceso de formación del complejo de oro áurico con el bromo. Donde el ion bromuro (Br^-) es complejante y el ácido bromohídrico es oxidante a pH entre 3-6, resultando reacción anódica. Mientras que la lixiviación del relave aurífero, mediante la reacción catódica a pH (10-11) alcalino, el agente oxidante es el oxígeno del aire (350 rpm-agitación) en agua, mientras el agente complejante es el alfaciclodextrina e iones OH^- . Por las consideraciones en ambas

reacciones (anódica y catódica) el objetivo fue separar el oro libre del resto de acompañantes, luego el α -CD que posee un volumen aprox de 174 nm^3 , (1740 angstroms) hospeda (encapsular) al oro pequeño en la cara del grupo de hidroxilos primarios (cavidad interior hidrófoba y flexible).

5. La estimación de eficiencia en el método 1, para recuperación de oro a partir del relave con α -CD, en medio ácido, considerando pH de 3 a 6, concentración de α -CD (1 a 3 g) y tiempo (1 a 2 hrs), luego del análisis de varianza (ANOVA), optimizando dichos factores principales (pH= 3, α -CD = 3 g, tiempo de 1 hr) y empleando el software estadístico Minitab v.17, se logró recuperar 86.74% de oro. Por otro lado, la estimación de eficiencia en el método 2, en la recuperación de oro a partir de relave con α -CD, en medio alcalino, considerando, pH (10 -11.), concentración de α -CD (0.26- 0.5 g) y tiempo (24, 72 y 144 hrs), luego del análisis de varianza (ANOVA), optimizando dichos factores principales α -CD= 0.2625 g y tiempo = 24 hr) y empleando el software estadístico Minitab v.17, se arribó a 97.98% de oro recuperado.

RECOMENDACIONES

1. Recomiendo análisis de difracción de rayos X, para obtener mayor conocimiento de la fase mineralógica y composición de elementos, así completar la caracterización del relave.
2. Se recomienda mayor investigación de las propiedades físicas, químicas y solubilidad del α -CD, si bien tiene múltiples aplicaciones en las industrias de alimentos, farmacéutica, textil, purificación de aguas, etc sin embargo no tiene claridad dicha aplicación en la industria minera.
3. Recomiendo continuar el retratamiento y reciclaje de los relaves auríferos no solo en la cuenca de Ocoña, sino también Camaná, Caraveli, Quilca, y otros.
4. Continuar con los experimentos empleando α -CD, para recuperar oro, y formando complejos con el ion bromuro y oxidando con HBr, por su gran velocidad de reacción, mucho mayor que con el cianuro de sodio.
5. Aplicar diseño factorial fijo, mixto, 2^k en la (Elomaa y otros, 2020) (Income y otros, 2021) recuperación del oro, incrementando los factores principales como granulometría, concentración de α -CD, pH, tiempo y agitación en función al modelado de regresión lineal, sobre la variable respuesta, expresada en términos de los efectos de los factores y las interacciones.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alegre, A. (2009). Los pasivos ambientales mineros en la legislación peruana. *Consultores SAC Derecho y gestión ambiental*, 71-72.
- Alva, B. (2004). Pasivos ambientales mineros. *Tecnica Minera*. Obtenido de [http://www2.congreso.gob.pe/Sicr/Congresistas/2006/20060405.nsf/vf06web/E151C559F2100635052574580073882E/\\$FILE/Pasivos-Ambientales-Mineros-Tecnica-Minera.pdf](http://www2.congreso.gob.pe/Sicr/Congresistas/2006/20060405.nsf/vf06web/E151C559F2100635052574580073882E/$FILE/Pasivos-Ambientales-Mineros-Tecnica-Minera.pdf)
- Anthony, A., Abubakar, U., Atta, A., & Magaji, S. (05 de Mayo de 2020). Recovery of Gold from Shanono Gold Ore Deposit. *Springer*. <https://doi.org/10.1007/s4261-020-00227-4>
- Araujo, G. (2015). Socrates: Philosophy Aplied to Education - Search to Virtue. *Athens Journal of education*, 2(2), 149-156. <https://doi.org/https://doi.org/10.30958/aje.2-2-5>
- Balaram, V., Mathur, R., Satyanarayanan, M., Sawant, S. S., Roy, P., Subramanyam, K. S., . . . Dasaram, B. (2012). A Rapid Method for the Determination of Gold in Rocks, Ores and Other Geological MATerials by F-AAS and GF-AAS After Separation and Preconcentration by DIBK Extraction for Prospecting Studies MAPAN. 87-95. <https://doi.org/10.1007/s12647-012-0012-2>
- Belenguer-Sapiña, C., Pellicer-Castell, E., Mauri-Aucejo, A. S.-A., & Amoròs, P. (2021). Cyclodextrins as a Key Piece in Nanostructured Materials: Quantitation and Remediation of Pollutants . *Nanomaterials*, 11(7). <https://doi.org/https://doi.org/103390/nano11010007>
- Buitron, D., Barona, D., Iturra, F., & Leon, J. (2021). Validación del método para la determinación de oro por ensayo a fuego combinado con espectrometría de absorción atómica en muestras geológicas mineras metalúrgicas. <https://doi.org/10.26807/ia.v9i1.188>
- Burkin, A. (2001). Chemical Hydrometallurgy. *Minerals Engineering*, pp.81-87. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2004.02.004>

- Caravaca Moreno, C. (1993). Extracción de $Au(CN)_2$ – mediante la amina primene 81R y mezclas sinérgicas de esta con los derivados organofosforados neutros cyanex 921. *Extracción de $Au(CN)_2$ – mediante la amina primene 81R y mezclas sinérgicas de esta con los derivados organofosforados neutros cyanex 921*, 2-4;24-25. Madrid. <https://doi.org/10.1002/clen.200600024>
- Ccari, N. (2018). Lixiviación de minerales de oro con Reactivo Sandioss en la Empresa minera Colibrí SAC. *Lixiviación de minerales de oro con Reactivo Sandioss en la Empresa minera Colibrí SAC*, 55. Puno, Perú.
- Chappuis, M. (2019). Remediación y activación de pasivos ambientales mineros (PAM) en el Perú. *Serie de Medio Ambiente y Desarrollo*, 168(126), 1-50. https://doi.org/https://repositorio.cepal.org/bitstream/handle/11362/45068/1/S1901182_es.pdf
- Cruz Salgado, J. (2011). *Metodología de superficie de Respuesta Aplicado a la Optimización de Propiedades mecánicas de un Compuesto de Madera y plástico Reciclado*. Tesis, CONACYT, Leon, Guanajuato, Mexico. Recuperado el 3 de junio de 2022, de https://ciatec.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1019/48/1/Tesis%20Javier%20Cruz_Mtria.pdf
- Dadgar A., S. C.-9. (1989). Refractory concentrate Gold leaching; Cyanide vs Bromine. *Annual Meeting*.
- Elomaa, Heini, Rintala, L., Aromaa, J., & Lundstrom, M. (2020). Process Simulation based life cycle assessment of cyanide- free refractory gold concentrate processing - Case study: Cupric chloride leaching. *Minerals Engineering*, 157. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.mineng.2020.106559>
- Erdenebold, U., Sung, C., & Wang, J. (2019). Gold Recovery from Flotation-Concentrate from Gold mine tailings Using Dissolve Smelting . *Journal of Mining and Metallurgy* , 55(3), 343-349. <https://doi.org/https://www.doiserbia.nb.rs/img/doi/1450-5339/2019/1450-533900038E.pdf>
- Espinoza Huarilloclla, L. M. (2017). Estudio de investigación para Recuperación de oro y plata de los relaves de la planta veta Dorada SAC. *Estudio de investigación para*

Recuperación de oro y plata de los relaves de la planta veta Dorada SAC, 57-62. Arequipa, Arequipa, Perú. Obtenido de <https://repositorioslatinoamericanos.uchile.cl/handle/2250/3259954>

Figueredo Frías, M., Bugallo Davis, F., Castellanos Suárez, J., Montejo Serrano, E., Alcalá Fariñas, R., Cabaleiro Piedra, Y., . . . Hidalgo Liriano, E. (2015). Estudio de la cinética de lixiviación de oro y plata por Cianuración de una mena cuarzosa de origen Epitermal. *XI Congreso Cubano de Geología-Taller Prospección, Explotación y Procesamiento de Oro*, 1-9. Obtenido de <http://redciencia.cu/geobiblio/paper/2015-Figueredo-plata%20y%20oro.pdf>

Ghasemian, E., Levasseur, B., Safizadeh, F., Olsen, C., Larachi, F., & Gagnon, C. (26-29 de septiembre de 2013). Optimization of Operating Parameters for Cyanidation of Sulfide Bearing Gold Flotation Tailings in Order to Prevent the Impact of Cyanicides . *Researchgate*. Obtenido de https://www.researchgate.net/publication/260263986_Optimisation_of_Operating_Parameters_for_Cyanidation_of_Sulfide-Bearing_Gold_Flotation_Tailings_in_order_to_Prevent_the_Impact_of_Cyanicides

Ghosh, P., Mandal, H., Sirisha, B., Sen, U., Goswami, S., & Kiran, N. V. (2019). A Modified Acid Digestion Method for Analysis of Gold in Geological Samples: A Comparative Study. *MAPAN*, 551-558. <https://doi.org/10.1007/s12647-019-00326-8>

Ikotun, B., Mishra, S., & Fanourakis, G. (2014). Study on the synthesis, morphology and structural analysis of fly ash-cyclodextrin composite. *Springer*, 14. Obtenido de <https://ujcontent.uj.ac.za/vital/access/services/Download/uj:40980/SOURCE1?view=true>

Income, k., Boonpo, S., Kruatian, T., & Sooksamiti, P. a. (2021). Gold Recovery from Copper-Gold Tailings by Ammoniacal Thiosulphate Leaching. *Science and technology* , 21(4). <https://doi.org/DOI 10.14456/cast.2021.59>

Karrech, A., Attar, M., Oraby, E., Eksteen, J., Elchalakani, M., & Seibi, A. (2018). Modelling of multicomponent reactive transport in finite columns-Applications to gold recovery

- using iodide ligands. *ResearchGate*, 1-33. <https://doi.org/DOI:10.1016/j.hydromet.2018.03.020>
- Korolev, I., Altinkaya, P., Halli, P., Hannula, P.-M., Yliniemi, K., & Lundström, M. (20 de 02 de 2018). Electrochemical recovery of minor concentrations of gold from cyanide-free cupric chloride leaching solution. *ELSEVIER*, 849. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.03.177>
- Kurkov, S. V., & Loftsson, T. (30 de Agosto de 2013). Cyclodextrins. *Elsevier*, 453, 167-180. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2012.06.055>
- Lars, D., Hylander, D., Plath, R., Miranda, S., & Jenny, A. (2007). Comparison of Different Gold Recovery Methods with Regard to Pollution Control and Efficiency. *Clean*, 52-61. <https://doi.org/10.1002/clen.200600024>
- Lewinsohn, J. L., & Rene, S. (2017). La eficiencia en el uso de agua y la energía en los procesos mineros: Casos de buenas prácticas en Chile y Perú. *Comision Economica para America Latina y el Caribe (CEPAL)*, 1-110. Obtenido de https://repositorio.cepal.org/bitstream/handle/11362/43282/1/S1701066_es.pdf
- Ley 28271. (2 de 07 de 2004). *Minam*. Obtenido de Minam: <https://www.minam.gob.pe/wp-content/uploads/2017/04/Ley-N%c2%b0-28271.pdf>
- Ley 30693-El Peruano. (7 de Diciembre de 2018). Ley 30693 LEY DE PRESUPUESTO DEL SECTOR PÚBLICO PARA EL AÑO FISCAL 2018. *Normal Legales*, pág. 24. Obtenido de <https://www.mef.gob.pe/es/normatividad-sp-9867/por-instrumento/leyes/16768-ley-30693/file>
- Li, H., Oraby, E., Eksteen, J., & and Mali, T. (2022). Extraction of Gold and Copper from Flotation Tailings Using Glycine-Ammonia Solutions in the Presence of Permanganate. *Minerals*, 12(612). [https://doi.org/ https://doi.org/10.3390/min12050612](https://doi.org/https://doi.org/10.3390/min12050612)
- Li, H., Peng, J., Long, H., Li, S., & Zhang, L. (2021). *Cleaner process: Efficacy of Chlorine in the recycling of Gold from Gold containing tailings* (Vol. 287). <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.125066>

- Liu, Z., Frascioni, M., Lei, J., Brown, Z. J., Zhu, Z., Cao, D., . . . Stoddart, J. F. (14 de Mayo de 2013). Selective isolation of gold facilitated by second-sphere coordination with a-cyclodextrin. *Nature Communications*, IV(1855), 1-9. <https://doi.org/10.1038/ncomms2891>
- Liu, Z., Samanta, A., Lei, J., Sun, J., Wang, Y., & and Stoddart, J. F. (2016). Cation- Dependent Gold Recovery with Alpha cyclodextrin Facilitated by Second- Sphere Coordination . *Journal of the American Chemical Society* , 138, 11643-11653. <https://doi.org/DOI:10.1021/jacs.6b0498>
- Mahmoud, M., Awad, & Hesham. (2019). Improved recovery of gold and silver from thiosulfate solution on activated carbon in presence of ammonium persulfate . *Physicochemical Problems of Minerals Processing*, 5(55), 1271-1285. <https://doi.org/DOI:10.5277/ppmp19051>
- Matveeva, T., Gromova, N., & and Lantsova, L. (2021). Experimental Proof of Applicability of Cyclic and Aliphatic Dithiocarbamate Collectors in Gold-Bearing Sulphide Recovery from Complex Ore. *Journal of Mining Science*, 57(1), 123-130. <https://doi.org/DOI:10.1134/S1062739121010130>
- Melashvili, M., Fleming, C., Dymov, I., Matthews, D., & Dreisinger, D. (2015). Dissolution of gold during pyrite oxidation reaction. *Minerals Engineering*(87), 2-9. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2015.07.017>
- Mercader Ros, M. T. (2010). *Encapsulacion de Flavonoles en Ciclodextrinas*. Tesis, Universidad Catolica San Antonio, Murcia. Recuperado el 9 de mayo de 2022, de <http://repositorio.ucam.edu/bitstream/handle/10952/78/TESIS%20PDF.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Monsalve Stange, K. N. (2021). Estudio de la aplicación de metodologías para la estimación de distancia peligrosa en depósitos de relaves no operativos en Chile. *Estudio de la aplicación de metodologías para la estimación de distancia peligrosa en depósitos de relaves no operativos en Chile*, 28. Chile. Obtenido de <https://repositorio.uchile.cl/handle/2250/180341>

- Navarro D., P., Villarroel P., A., & Alguacil P., F. (Julio de 2003). Lixiviación de oro con tiosulfato de amonio catalizado con ión cúprico desde un concentrado polimetálico. *remetallica*, 43. Obtenido de <https://www.revistas.usach.cl/ojs/index.php/remetallica/article/view/1277/>
- Ndlovu, S. (3-4 de Julio de 2017). Hidrometallurgy and Sustainable Development University of the Witwatersrand, Johannesburg. *Extraction of Gold Then, Now and Future*.
- Palacios, C. S. (1996). LIXIVIACIÓN DE MENAS AURÍFERAS CON SALES OXIDANTES EN MEDIO ACIDO MEDIANTE EL PROCESO SEVERO. *Palacios*, 22. Obtenido de https://sisbib.unmsm.edu.pe/bibvirtualdata/publicaciones/geologia/Vol5_N9_2002/lixiacion_menas.pdf
- Pandey, P., & Pandey, M. M. (2015). Research Methodology: Tools and techniques. *Bridge Center*, 1-128. Obtenido de <https://www.euacademic.org/BookUpload/9.pdf>
- Pati, P., McGinnis, S., & Vikesland, P. J. (2016). Waste not want not: life cycle implications of gold recovery and recycling from nanowaste. *Royal Society of Chemistry*, 1-11. <https://doi.org/10.1039/c6en00181e>
- Perea Solano, C. G. (2016). Evaluación de una metodología alternativa a la cianuración para la disolución de oro utilizando solventes orgánicos. *Evaluación de una metodología alternativa a la cianuración para la disolución de oro utilizando solventes orgánicos*, 10. Medellin, Medellin, Colombia. Obtenido de <https://idoc.pub/documents/tesis-evaluacion-de-una-metodologia-alternativa-a-la-cianuracion-para-la-disolucion-de-oro-utilizando-solventes-organicos-jlk9vmer3745>
- Peruano, L. N. (2017). *Ley del Presupuesto del Sector Publico para el año Fiscal 2018*. Lima. Obtenido de <https://www.mef.gob.pe/es/por-instrumento/ley/16767-ley-n-30693/file>
- Ponce Cevallos, P. A. (07 de Agosto de 2013). Estabilidad y Propiedades Fisicoquímicas de Complejos de Inclusión de β -ciclo dextrinas y sus Derivados. *Estabilidad y Propiedades Fisicoquímicas de Complejos de Inclusión de β -ciclo dextrinas y sus Derivados*, 32. Buenos Aires, Argentina. Obtenido de https://bibliotecadigital.exactas.uba.ar/download/tesis/tesis_n5389_PonceCevallos.pdf

- Prasad, M., Mensah-Biney, R., & Pizarro, R. (1991). Minerals Engineering. *4*(12), 1257-1277.
[https://doi.org/10.1016/0892-6875\(91\)90171-Q](https://doi.org/10.1016/0892-6875(91)90171-Q)
- Qin, H., Guo, X.-y., Tian, Q.-h., & Zhang, L. (2020). Recovery of gold from refractory gold ores: Effect of pyrite on the stability of the thiora leaching system. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, *28*(6).
<https://doi.org/https://doi.org/10.1007/s12613-020-2142-9>
- Quijano Arteaga, V. A. (2018). Modelación de la Distribución de Tamaño de los productos de la Molienda del Mineral Laterítico., (págs. pag.5,6). Cuba. Recuperado el 22 de marzo de 2022, de <http://nive.ismm.edu.cu/handle/123456789/1699>
- Reyes Gasga, J. (diciembre de 2020). Breve Reseña Histórica de la Microscopía Electrónica en México y el Mundo. *Mundo nano*, *82*,83. Recuperado el 22 de marzo de 2022, de <http://www.scielo.org.mx/pdf/mn/v13n25/2448-5691-mn-13-25-79.pdf>
- Rodríguez Rodríguez, Y., Rivera Borroto, O. M., García de la Vega, J. M., Basilio de la Torre, J., Valentín Rodríguez, I., & Lazaro, P. R. (22 de Marzo de 2017). Determination of Gold in Geological Samples Combining the Fire Assay and Ultraviolet Visible Spectrophotometry Techniques. *Academia Publishing*, *1*.
<https://doi.org/10.15413/ajsr.2017.0112>
- Rodríguez Romaní, C. A. (2019). Recuperación de oro a partir de relaves por lixiviación en Bateas en la Unidad Minera Estrella de Oro ECOMSAP- Ananea Puno. *Recuperación de oro a partir de relaves por lixiviación en Bateas en la Unidad Minera Estrella de Oro ECOMSAP- Ananea Puno*, *102*. Puno, Perú. Obtenido de <https://1library.co/document/download/zgw2x1ny?page=1>
- Romero, A. A., & Flores, S. L. (02 de Junio de 2010). The influence of the velocity of agitation in the dynamic leaching of altered minerals. *Revista del Instituto de Investigaciones FIGMMG*, *XII*(24), 139-140. Obtenido de https://www.academia.edu/39638035/La_influencia_de_la_velocidad_de_agitaci%C3%B3n_en_la_lixiviaci%C3%B3n_din%C3%A1mica_de_minerales_alterados_The_influence_of_the_velocity_of_agitation_in_the_dynamic_leaching_of_altered_minerals

- Salcedo Laura, M. d. (2015). Optimización En El Procesamiento De Minerales Auríferos Utilizando El Compuesto Alfa Ciclo Dextrina Como Agente Extractor. *Optimización En El Procesamiento De Minerales Auríferos Utilizando El Compuesto Alfa Ciclo Dextrina Como Agente Extractor*, 62-67; 84-87. Areuipa, Arequipa, Perú. Obtenido de <http://repositorio.unsa.edu.pe/handle/UNSA/2594>
- Serra Massana, J. (11 de Octubre de 2016). Estructura, propiedades y aplicaciones de las ciclodextrinas y derivados. *Estructura, propiedades y aplicaciones de las ciclodextrinas y derivados*, 4-6. España. Obtenido de <http://e-spacio.uned.es/fez/view/bibliuned:master-Ciencias-CyTQ-Jserra>
- Sousa, R., Futuro, A., Fiuza, A., Vila, M., & Dinis, M. (2018). Bromine leaching as an alternative method for gold dissolution. *Minerals Engineering* , 118, 16-23. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2017.12.019>
- Syed, S. (29 de Diciembre de 2011). Recovery of gold from secondary sources—A review. *Elsevier*, 4. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2011.12.012>
- Ta, C., Reith, F., Brugger, J., & Pring, A. (2014). Analisis of gold (I/III) -complexes by HPLC-ICP-MS demonstrate gold (III) stability in surface waters. *Enviromental Science and technology*, 48(10), 5737-5744. <https://doi.org/10.1021/es404919a>
- Travezaño Castro, K. T. (26 de Enero de 2021). Servicio de Análisis Integral de Relaves y Efluentes en el Perú. *Servicio de Análisis Integral de Relaves y Efluentes en el Perú*, 39. Lima, Lima, Perú. Obtenido de https://repositorio.esan.edu.pe/bitstream/handle/20.500.12640/2193/2021_MATC_19-1_08_T.pdf?sequence=1&isAllowed=y#page=38&zoom=100,140,813
- Vásquez Gonzales, A. A. (2021). Actividad antioxidante y antimicrobiana in vitro del complejo de inclusión del aceite esencial de Schinus molle con 2 tipos de ciclodextrinas. *Actividad antioxidante y antimicrobiana in vitro del complejo de inclusión del aceite esencial de Schinus molle con 2 tipos de ciclodextrinas*, 15-16. Lima, Perú. Obtenido de <https://purl.org/pe-repo/ocde/ford#1.06.03>

Yannopoulos, J. (1991). *THE EXTRACTIVE METALLURGY OF GOLD*. New York, Estados Unidos: Van. Nostrand Reinhold. Obtenido de <https://dokumen.tips/documents/the-extractive-metallurgy-of-goldpdf.html>



ANEXOS

ANEXO 1 Matriz de consistencia.

TITULO: Recuperación de oro con alfa ciclodextrina para reciclar relaves auríferos en la cuenca de Ocoña Arequipa

PROBLEMA GENERAL	OBJETIVO GENERAL	HIPOTESIS GENERAL	VARIABLES			METODOLOGIA
¿Qué relación existe entre la recuperación de oro con ACD para reciclar relaves auríferos en la cuenca de Ocoña Arequipa?	Recuperar oro con Alfa- ciclodextrina (ACD) para reciclar relaves auríferos en la cuenca de Ocoña Arequipa.	Existe relación entre la recuperación de oro con ACD para reciclar relaves auríferos en la cuenca de Ocoña Arequipa.	V1: Relaves auríferos	Dimensiones	Indicadores	
PROBLEMAS ESPECIFICOS	OBJETIVOS ESPECIFICOS	HIPOTESIS ESPECIFICAS		Caracterización química, físicas y composición mineralógicas.	Concentración inicial de oro en g Au/t. Densidad. Peso específico. Asociaciones mineralógicas.	Ensayo a fuego. Hidrometría Microscopio electrónico de barrido y microscopio óptico
¿Qué relación existe entre la recuperación de oro y concentración α -CD para reciclar relaves auríferos de Ocoña Arequipa?	1. Caracterizar la granulometría (características físicas y mineralógicas) del relave aurífero para reciclar relaves auríferos de la cuenca de Ocoña Arequipa.	Existe relación entre la recuperación de oro y concentración de ACD para reciclar relaves auríferos en la cuenca de Ocoña Arequipa		Granulometría	Óxidos y sulfuros. Preconcentración Nelson.	ASTM C136 Tyler m-200 (P(80))=0.2244 mm
¿Qué relación existe entre la recuperación de oro y pH para reciclar relaves auríferos en la Cuenca de Ocoña Arequipa?	2. Diseñar los procedimientos experimentales en laboratorio, acorde al protocolo adaptado para recuperar oro de relaves auríferos con alfa-ciclodextrina (α -CD). previa concentración gravimétrica, en rangos de pH variable, en tiempo determinado en horas.	Existe relación fuerte entre la recuperación de oro y pH para reciclar relaves auríferos en la cuenca de Ocoña Arequipa		Alfa ciclodextrina	Pureza \geq 98% Solubilidad 10mg/mL, H ₂ O	Balanza electrónica
¿Qué relación existe entre la recuperación de oro y tiempo para reciclar relaves auríferos en la cuenca de Ocoña Arequipa?	3. Determinar la concentración inicial de oro en el relave aurífero, por el método de ensayo a fuego. 4. Evaluar la lixiviación del relave aurífero con alfa-ciclodextrina en el laboratorio. 5. Estimar la eficiencia de recuperación de oro de los relaves auríferos con α -CD.	Existe relación entre la recuperación de oro y tiempo para reciclar relaves auríferos en la cuenca de Ocoña Arequipa	V2: % Recuperación de oro	Reacciones químicas en medio ácido y alcalino	Grado de pH: 3 - 6. Grado de pH: 10-11.5	Absorción atómica

ANEXO 2. Fotografías de los experimentos en medio ácido.



Foto 1: Controlando el pH con pehachimetro
Hanna Checker



Foto 2: filtración de oro recuperado



Foto 3: decantación y recuperación de oro.



Foto 4: Vasos de precipitados conteniendo
HBr, HNO₃ y relave (reacción química).
Las muestras A, concentrado de Au y las
muestras B.



Foto 5: Filtrado de oro recuperado: α - CD,
para dispersar en agua.



Foto 6: Filtrado de oro recuperado de ACD,
para dispersar en agua.

Anexo 3: Composición mineralógica con EDX de muestra de relave aurífero

Muestra puntual (p)	Composición	Formula química
P1	Hematita	Fe_2O_3
	goethita	$nFeO(OH)$
P2	Cuarzo	SiO_2
	Sericita	Micas blancas
P3	Goethita	$nFeO(OH)$
	Cobre	Cu
P4	labradorita	$(Ca,Na)(Si,Al)_4O_8$.
P5	Goethita	$nFeO(OH)$
P6	Pirita	FeS_2
P7	Calcopirita	$CuFeS_2$
P8	Bornita	Cu_5FeS_4
P9	Trazas de goethita	$nFe(OH)$
P10	Jamesonita	$Pb_4FeSb_6S_{14}$
	Goethita	$nFe(OH)$
P11	Electrum libre y goethita	$(Au,Ag)nFe(OH)$
P12	Electrum libre en venillas	(Au,Ag)
P13	Galena Ag en pirita	$PbS Ag; FeS_2$
P14	Pirita	FeS_2
P15		$S Ag Fe Cu Bi$
P16	Au en goethita Au	$Au.nFe(OH)$
P17	Esfalerita en pirita con galena	$ZnS. FeS_2.PbS$