

Treatment of a carbonaceous gold ore by oxidative leaching-roasting and direct roasting

Juan Antonio Vega González, Dr.¹, Hans Roger Portilla Rodríguez, Msc.¹, Norberto Damián Ñique Gutierrez, Dr.², Luis Angelats Silva, Dr.³, Nilthon Emerson Zavaleta Gutierrez, Dr.¹

¹Departamento de Metalurgia, Universidad Nacional de Trujillo, Perú. jvega@unitru.edu.pe, hportilla@unitru.edu.pe, nzavaleta@unitru.edu.pe

²Departamento de Materiales, Universidad Nacional de Trujillo, Perú. nnique@unitru.edu.pe

³Laboratorio de Investigación Multidisciplinaria, Universidad Privada Antenor Orrego, Perú, langelats@upao.edu.pe

Abstract– A carbonaceous gold refractory mineral was studied. The characterization of the sample was carried out by means of scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), FTIR, Leco SC and oxidative leaching. The chemical analysis presents 9.83 g/t Au, the mineralogical 24.03% of fixed carbon (Leco SC). The Preg-robbing tests show that the mineral adsorbs 94.34% of gold from the solution in 30 minutes and the recovery of gold in the conventional cyanidation test was 3.36% in 24 hours with granulometry 80% through mesh N ° 200, this reveals the high degree of refractoriness of the mineral. The results of oxidative leaching-roasting and direct roasting tests in conjunction with the mineralogical analysis of the mineral suggest that refractory gold is mainly associated with carbonaceous material. The oxidative process with HCl and cyanidation only allows the recovery of 8.15% of gold, generated by the liberation of gold from carbonates; while, through the oxidative process with HNO₃ and cyanidation, the recovery was even lower than only 2.20% of gold. The residues of the oxidative process were subjected to roasting at 800 ° C and a 25.42% recovery of gold was obtained. This low recovery was probably due to the high roasting temperature that produced a mineralogical transformation, where the mineral formed Ca₆O₁₉Si₆ and Ca₂MgO₇Si₂ could re-trap the released gold, reducing its recovery during cyanidation. The results of the direct roasting of the mineral at 500 °C, 600 °C and 700 °C, show that the mineral presents 22.83 ± 0.56% loss of mass at 700 °C, very close to the value of fixed carbon and at this temperature it was obtained the highest gold recovery of 91.06 ± 0.31%, which confirms that gold is associated with carbonaceous material.

Keywords: Refractory carbonaceous ore, ore characterization, oxidative leaching, roasting.

Tratamiento de un mineral aurífero carbonáceo mediante lixiviación oxidativa-tostación y tostación directa

Juan Antonio Vega González, Dr.¹, Hans Roger Portilla Rodríguez, Msc.¹, Norberto Damián Ñique Gutierrez, Dr.², Luis Angelats Silva, Dr.³, Nilthon Emerson Zavaleta Gutierrez, Dr.¹

¹Departamento de Metalurgia, Universidad Nacional de Trujillo, Perú. jvega@unitru.edu.pe, hportilla@unitru.edu.pe, nzavaleta@unitru.edu.pe

²Departamento de Materiales, Universidad Nacional de Trujillo, Perú. nnique@unitru.edu.pe

³Laboratorio de Investigación Multidisciplinaria, Universidad Privada Antenor Orrego, Perú, langelats@upao.edu.pe

Resumen– Se estudió un mineral refractario aurífero carbonáceo. La caracterización de la muestra se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), difracción de rayos-X (XRD), FTIR, Leco SC y lixiviación oxidativa. El análisis químico presenta 9.83 g/t Au, el mineralógico 24.03 % de carbono fijo (Leco SC). Las pruebas de Preg-robbing muestran que el mineral adsorbe el 94.34 % de oro de la solución en 30 minutos y la recuperación de oro en la prueba de cianuración convencional fue de 3.36 % en 24 horas con granulometría 80% pasante malla N°200, esto revela el alto grado de refractariedad del mineral. Los resultados de pruebas de lixiviación oxidativa-tostación y tostación directa en conjunto con el análisis mineralógico del mineral sugieren que el oro refractario se asocia principalmente al material carbonoso. El proceso oxidativo con HCl y cianuración solo permite la recuperación del 8.15 % de oro, generado por la liberación de oro desde los carbonatos; mientras, que mediante el proceso oxidativo con HNO₃ y cianuración la recuperación fue aún menor de solo el 2.20 % de oro. Los residuos del proceso oxidativo fueron sometido a tostación a 800°C y se obtuvo 25.42 % de recuperación de oro. Esta baja recuperación se debió probablemente a la alta temperatura de tostación que produjo una transformación mineralógica, donde el mineral formado Ca₆O₁₉Si₆ y Ca₂MgO₇Si₂ podría volver atrapar al oro liberado disminuyendo su recuperación durante la cianuración. Los resultados de la tostación directa del mineral a 500 °C, 600 °C y 700 °C, muestran que el mineral presenta 22.83 ± 0.56 % de pérdida de masa a 700 °C muy cercano al valor del carbono fijo y a esta temperatura se obtuvo la mayor recuperación de oro de 91.06 ± 0.31 %, que confirma que el oro este asociado al material carbonoso.

Palabras clave: Mineral refractario carbonáceo, caracterización mineral, lixiviación oxidativa, tostación.

I. INTRODUCCIÓN

Con el progresivo agotamiento de los minerales de oro de molienda libre o no refractario, los minerales de oro refractarios se han convertido en los principales materiales para la producción de oro, y casi un tercio del oro en el mundo proviene de los minerales de oro refractarios [1]. La refractariedad del oro es una consecuencia de la mineralogía del mineral. Los minerales de oro refractarios tienen las siguientes características: (1) oro en asociación íntima y encerrado en minerales de sulfuro y ganga silíceas, (2) oro asociado con

materia carbonácea activa y (3) oro en solución sólida con otros minerales [2]. Los dos primeros de estos tipos de mena refractaria son de ocurrencia común; y cuando se presentan en un mismo mineral se les conoce como los minerales de oro doblemente refractarios. El comportamiento refractario doble es consecuencia del preg-robbing de especies de Au disueltas (Au(CN)₂⁻) por la materia carbonosa y la encapsulación del oro en minerales sulfurados como piritita y arsenopiritita [3]. La presencia de materia carbonosa y la oclusión de granos de oro en minerales de sulfuro resulta en una recuperación de oro muy pobre [4].

La materia carbonosa del mineral de oro está compuesta por un carbono inorgánico elemental que actúa como carbón activo y adsorbe complejos de cianuro de oro, un carbono orgánico que comprende ácidos húmicos que contienen grupos funcionales capaces de formar complejos con el oro soluble, y una mezcla de hidrocarburos de alto peso molecular generalmente asociada con carbono elemental que no parece adsorber oro [2]. Para los fines de la industria minera aurífera, la materia carbonosa se caracteriza de acuerdo con su capacidad de preg-robbing. Se han elaborado varios métodos analíticos para cuantificar las características de preg-robbing de los minerales de oro refractarios. Estos métodos analíticos incluyen generalmente, un análisis del oro lixiviable con cianuro de la muestra de mineral refractario, la adición de una cierta cantidad de cianuro de oro en la lixiviación con cianuro del mineral refractario, seguido del análisis de oro en solución después de la lixiviación con cianuro. La pérdida de oro en la solución de cianuro final depende del contenido de materiales de preg-robbing en el mineral refractario [2,5,6].

En la actualidad, la recuperación de oro a partir de minerales doblemente refractarios sigue siendo un desafío, debido a la naturaleza de preg-robbing del mineral carbonoso. Mediante el empleo del tiosulfato, que es un lixivante que presenta una débil afinidad por la materia carbonosa, se ha intentado eludir la capacidad de preg-robbing de la materia carbonosa [2,7]. Sin embargo, debido a la menor estabilidad del complejo de oro-tiosulfato en relación con el complejo de oro-cianuro [8], el cianuro sigue siendo el lixivante más utilizado para la recuperación de oro. La lixiviación biotecnológica se presenta como una alternativa para la extracción de oro a partir de mineral de oro carbonáceo debido a su bajo costo e impacto

Digital Object Identifier (DOI):
<http://dx.doi.org/10.18687/LEIRD2021.1.1.39>
ISSN: 2414-6390 ISBN: 978-958-52071-9-6

ambiental en comparación con los métodos convencionales. No obstante, la lixiviación biotecnológica es un proceso relativamente lento en comparación con los procesos de lixiviación y muy sensible a las condiciones operativas [1,9].

La tostación es una técnica muy utilizada para tratar minerales carbonáceos de oro, debido a que es una técnica económica, de alta eficiencia y bastante desarrollada. Mediante la tostación oxidativa no solo se oxidan los componentes carbonáceos a dióxido de carbono, sino que también mediante la desulfuración y desarsenización se destruyen minerales como pirita y arsenopirita que contienen oro encapsulados, y exponen las partículas de oro finamente diseminadas al cianuro durante la lixiviación [10-14]. Por lo tanto, el propósito de la tostación es eliminar los elementos nocivos de los minerales y formar calcina porosa, de modo que el oro se pueda lixiviar eficazmente durante la cianuración. Sin embargo, uno de los factores más críticos durante el tostado es la temperatura, debido a que determina las reacciones químicas finales y las estructuras físicas de la calcina. La temperatura normalmente utilizada para la tostación de minerales carbonáceos de oro es de 500 °C a 700 °C. A temperaturas menores de 500 °C, las velocidades de reacción de las calcinas son lentas provocando la oxidación insuficiente de los componentes carbonosos. A temperatura mayor de 700 °C, la estructura porosa de las calcinas puede colapsar y generar lo que se denomina encapsulación secundaria de las partículas de oro; esto resulta en una disminución de la velocidad de lixiviación del oro [15-17].

En los últimos años, se han realizado varios estudios sobre investigaciones detalladas sobre las composiciones químicas, las composiciones minerales, la estructura y los procesos de extracción de oro de la calcina. Por lo tanto, la tecnología para la extracción de oro de la calcina fue madurando gradualmente, y la eficiencia de la lixiviación del oro fue generalmente superior al 90% por cianuración

Se han realizado varios estudios para mejorar la extracción de oro a partir de minerales de oro carbonoso de grano fino. Nanthakumar et al., [10] investigó un mineral de oro doblemente refractario, donde el oro estaba bloqueado tanto en pirita como en materias carbonáceas. Determinaron que era necesario una temperatura de tostación mayor a 650 °C para convertir la pirita en hematita y eliminar el carbono orgánico en el tostado por microondas. También reportaron la descomposición de la dolomita en óxido de magnesio y óxido de calcio a 690 °C. Liu et al. [18] encontraron que, durante la tostación, los minerales con bajo punto de fusión se fundían a una temperatura mayor a 800 °C, lo que probablemente conducía a la encapsulación secundaria de partículas de oro y, por lo tanto, a una disminución en la eficiencia de lixiviación del oro. Sin embargo, los cambios de fase de los minerales de ganga durante el proceso de fusión y encapsulación no se confirmaron en este estudio. Jin et al. [16] determinaron que una temperatura de tostación de 650 °C, era apropiada para un mineral carbonáceo de grano fino, debido a que las emisiones de CO₂ generaban una estructura porosa que contribuye a una

velocidad de lixiviación de oro más rápida. Asimismo, temperatura de tostación excesiva (800 °C), produce la sinterización de CaSiO₃ y CaFe₂O₄, lo que provoca una fuerte disminución en la velocidad de lixiviación de oro.

La difracción de rayos X (XRD), la microscopía electrónica de barrido (SEM) y la espectroscopia dispersiva en energía (EDS) son métodos analíticos modernos, que se utilizan ampliamente en el estudio de minerales. Estas técnicas analíticas se utilizaron en este estudio, donde se evaluó el efecto de la temperatura de tostación sobre la recuperación del oro mediante cianuración en un mineral carbonáceo de oro. En este estudio se trabajó con un mineral de oro altamente carbonáceo; la razón principal es que es una mineralogía muy común en la región norte del Perú.

II. MATERIALES Y MÉTODOS

A. Obtención y preparación de las muestras de minerales

La muestra de mineral refractario aurífero-carbonáceo fue obtenida de la mina “León”, provincia de Pallasca-Ancash, Perú. Se obtuvo 50 kg de mineral que fue muestreado en forma aleatoria del acopio ubicado en mina. El mineral se trituró en una chancadora de mandíbula de 2” × 3.5”, marca Braun chipmunk, donde se obtuvo un producto con granulometría de 90 % pasante malla N°10 (2 mm). La muestra triturada se homogenizó mediante el método de coneo y la reducción de cantidad de muestra se hizo utilizando el divisor de rifles (Jones) obteniendo muestras de 1 kg. Para los ensayos de lixiviación, el mineral triturado fue molido hasta obtener 80 % pasante malla N° 200 (0.075 mm). La molienda se realizó en seco, en un molino de bolas de laboratorio (11 kg de bolas de acero con diámetros de 1 y 0.5 pulgadas, 1 kg de mineral, giro de 44 rpm y tiempo de 35 min). El tiempo de molienda fue determinado experimentalmente mediante curva de molienda.

La composición química de la muestra del mineral carbonáceo se determinó mediante espectroscopia de emisión óptica con fuente de plasma acoplada inductivamente (ICP-OES), usando un espectrómetro Teledyne Prodigy XP, y ensayo al fuego (oro). Para ambos casos se realizaron 5 repeticiones, cuyos promedios en % en peso se presentan en la Tabla I.

COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL MINERAL AURÍFERO CARBONÁCEO, % PESO

As (%)	Fe (%)	Cu (%)	Pb (%)	Zn (%)	Sb (%)	Au (g/t)	Ag (g/t)
0.087	0.594	0.184	0.218	0.127	0.013	9.83	9.11

El análisis de carbono fijo, azufre, cenizas, humedad y volátiles, se determinó a partir de la muestra molida mediante el equipo Leco SC y técnicas gravimétricas, la Tabla II presenta los resultados obtenidos.

COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL MINERAL AURÍFERO CARBONÁCEO, % PESO MEDIANTE HORNO Y LECO SC

Elemento	C. fijo	Cenizas	H ₂ O	Volátil	S
Unidades	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
Leco SC	24.03	58.87	3.85	11.9	1.56

B. Caracterización Microestructural de la Muestra

La muestra molida 80 % pasante malla N° 200 (75 μm), se homogenizó por el método de roleo y cuarteo con un equipo divisor rotatorio para obtener sub-muestras representativas. Posteriormente estas fueron montadas en resinas y posteriormente preparadas metalográficamente mediante desbaste en papel abrasivo 2000 y pulido con pasta de diamante de 5 y 1 μm . La caracterización mineralógica se realizó utilizando un microscopio electrónico de barrido Tescan, modelo Vega-3. Mediante el análisis de imágenes obtenidas en el modo de electrones retrodispersados (BSE) y espectroscopia dispersiva de energía (EDS) se caracterizaron químicamente las fases presentes en el mineral refractario aurífero-arsenical. La intensidad de la señal BSE proporciona una tonalidad en base al número atómico del mineral, por lo que las partículas van de más claras a más oscuras según sean su número atómico promedio desde pirita, óxido de titanio, cuarzo, carbonatos y carbonáceos, respectivamente. El análisis de difracción de rayos-X del mineral fue realizado usando un difractor D8 Advance Eco (Bruker) y el análisis de espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) mediante un espectrómetro marca Thermo Scientific Nicolet iS50, equipado con una celda de reflectancia total atenuada de ZnSe.

C. Caracterización del Efecto Preg-robbing

Para evaluar la naturaleza preg-robbing del mineral de oro carbonáceo, primero se preparó una solución conteniendo una concentración de 5 mg L^{-1} de oro, posteriormente se pesó 10 g de muestra de mineral a la granulometría 80% pasante malla N° 200 y se colocó en un vaso con 20 ml de solución con oro preparada; se agitó por 30 minutos utilizando agitador magnético, a 500 rpm, luego la pulpa se centrifugó para separar la solución, que fue analizada mediante ICP-OES. Para determinar el porcentaje de preg-robbing del mineral carbonáceo se utilizó la siguiente ecuación [19-20]:

$$\%PR = \frac{(C_i^{Au} + C_{Lix}^{Au}) - C_f^{Au}}{C_i^{Au}} \quad (1)$$

Donde, C_i^{Au} y C_f^{Au} son las concentraciones inicial y final de la solución estándar de oro, respectivamente; y C_{Lix}^{Au} es la concentración del oro que se produce al poner una solución de cianuro con el mineral carbonáceo. La metodología del ensayo fue desarrollada por Barrick Gold Mines [19-20].

D. Ensayos de Lixiviación Oxidativa y Tostación

Los ensayos de cianuración estándar se realizaron en un equipo de rodillos, colocando botellas de 3,8 litros de capacidad. Siendo un mineral de oro carbonáceo se utilizó una concentración (p/v) de 5.0 g L^{-1} NaCN, con una relación de líquido a sólidos de 2:1 y agitación de 40 rpm por 24 h a temperatura ambiente (20 ± 2 °C), granulometría 80 % pasante malla 200 (75 μm). El pH se monitoreó durante el período de cianuración con un medidor multiparámetros de pH y temperatura marca Hanna, y se controló mediante la adición de CaO a pH 10.5-11.0. Para el cálculo de extracción de oro, la

solución de cianuración se analizó con ICP-OES y los residuos sólidos por ensayo al fuego.

La Tabla III presenta los procesos oxidativos y tostación con sus parámetros experimentales utilizados en este estudio. En cada caso se incluyó la cianuración del mineral para determinar el oro libre recuperable. El residuo de la cianuración estándar se sometió a procesos oxidativos de manera consecutiva usando HCl y HNO₃ por etapas para destruir minerales específicos. Después de cada proceso oxidativo y tostación, se realizó la cianuración del residuo para evaluar la recuperación del oro, mediante análisis de oro por ICP-OES de la solución de cianuración y ensayo al fuego de los residuos de cianuración.

TABLA III
CONDICIONES EXPERIMENTALES DE LOS PROCESOS

Tratamiento	Reactivo	Parámetros	Concentración	Minerales susceptibles
Cianuración 1	NaCN	24 h, pH 10.5, L/S=2:1	5 g/L	Oro
Oxidación ácida I	HCl	4 h, L/S=2:1, 60 °C	12 % (V/V)	Calcita y dolomita
Cianuración 2	NaCN	24 h, pH 10.5, L/S=2:1	5 g/L	Oro
Oxidación ácida IV	HNO ₃	6h, L/S = 10:1, 90 °C	33 %	Pirita y arsenopirita
Cianuración 3	NaCN	24 h, pH 10.5, L/S=2:1	5 g/L	Oro
Tostación		800 °C, 12h		Material carbonoso y sulfuros
Cianuración 4	NaCN	24 h, pH 10.5, L/S=2:1	5 g/L	Oro

E. Ensayos de Tostación Directa

Muestras de 500 g del mineral de oro carbonáceo, molidas 80 % pasante malla N° 200 (75 μm), se pesaron para cada ensayo de tostación. La muestra se colocó en un recipiente de arcilla y se introdujo dentro de un horno de resistencias eléctricas. Las temperaturas de tostación evaluadas fueron de 500, 600 y 700 °C, por 12 h. Se permitió el ingreso de aire al horno y cada 30 minutos se movieron las calcinas para que todo el mineral tenga contacto con el aire y obtener una tostación homogénea. Los ensayos de tostación se hicieron por duplicado para cada temperatura, al finalizar la tostación se pesó la calcina obtenida. y se mezcló las dos muestras por cada temperatura.

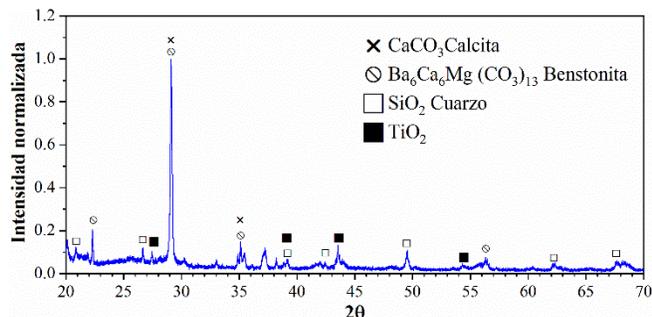
Después de la tostación, la calcina fue cianurada mediante ensayo de botella rolada (BRT). Se utilizó un equipo rolador de botellas con velocidad de giro de 40 rpm, utilizando botellas de vidrio de 3.8 L. Las pruebas se realizaron por duplicado, con los siguientes parámetros: peso mineral calcinado 200 g, volumen de agua destilada 400 ml, concentración de NaCN (p/v) de 5 g L^{-1} , pH 10.5 – 11, regulación de pH con hidróxido de cálcico, tiempo de agitación en la botella de 48 horas. Al terminar el tiempo de lixiviación se procedió a filtrar la solución rica y lavar los residuos sólidos con agua alcalina, luego se secó, se analizó las soluciones lixivadas ricas por oro mediante ICP-OES, y los residuos sólidos por ensayo al fuego. Con los datos

obtenidos se hizo los balances metalúrgicos para determinar la extracción de oro en función del mineral de cabeza analizada.

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A. Caracterización del Mineral Aurífero Carbonáceo

El estudio mineralógico de la muestra realizado mediante el análisis de DRX reveló que la muestra está compuesta principalmente de Benstonita, calcita, cuarzo y óxido de titanio como se observa en el difractograma de la Fig. 1.



El análisis mineralógico realizado por SEM-EDS en el modo de electrones retrodispersados (BSE) confirma los hallazgos obtenidos por DRX. La Fig. 2, presenta una micrografía general de la muestra y, la Fig. 3, presenta los respectivos espectros de EDS de los minerales encontrados. El modo BSE proporciona una tonalidad en base al número atómico del mineral, por lo que las partículas van de más claras a más oscuras según sean pirita, óxido de titanio, cuarzo, carbonato y el mineral carbonáceo, este último con un color gris oscuro debido a su baja dispersión de fotones.

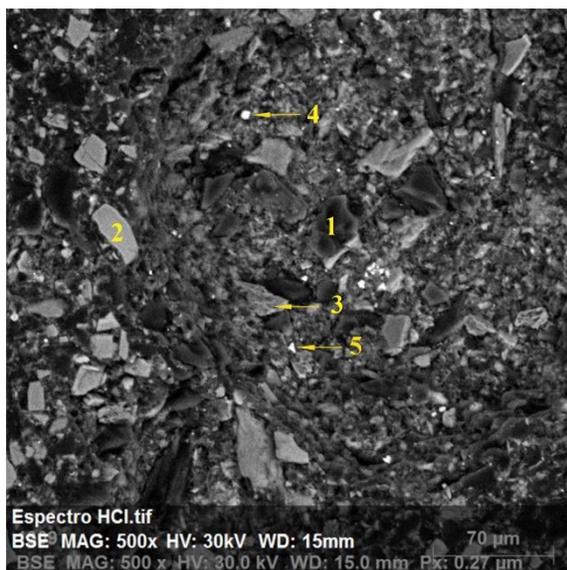


Fig. 2 – (a) Micrografía SEM-BSE del mineral aurífero carbonáceo.

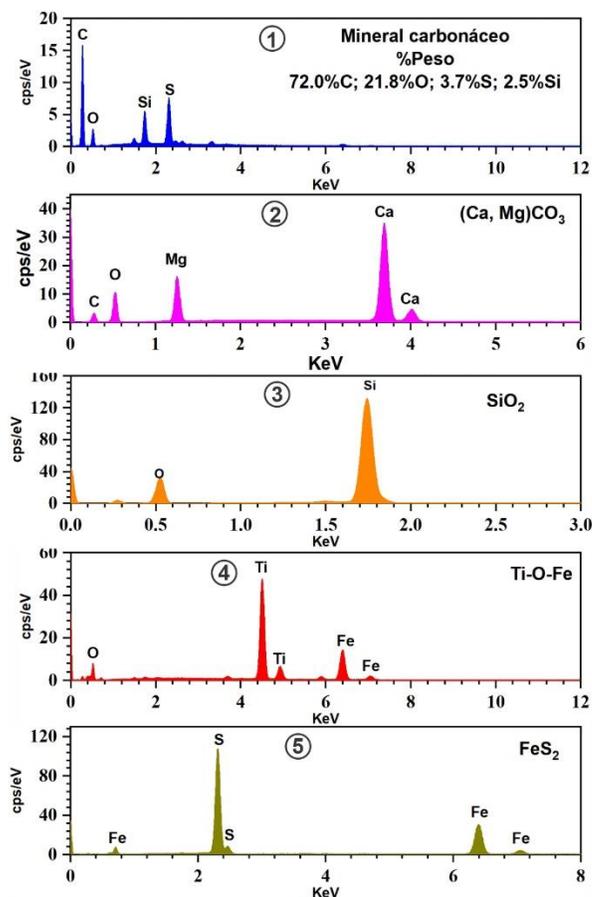


Fig. 3 Espectros EDS de los minerales presentes en el mineral aurífero carbonáceo.

La Fig. 4 (a) exhibe los minerales de carbono con una tonalidad oscura en el modo BSE, presentes en la muestra, en tanto que en la Fig. 4(b) se presenta el análisis EDS del mapeo realizado en 5 regiones de la muestra bulk, donde se obtuvo una composición promedio en % peso de 51.78 ± 1.25 % C, 32.2 ± 1.13 % O, 6.67 ± 0.55 % Si, 4.60 ± 0.99 % Ca, 3.53 ± 0.43 % Al y 1.18 ± 0.21 % Mg. El contenido de mineral carbonáceo es muy alto y confirma el 24.03 % de carbón fijo obtenido mediante el ensayo Leco. Se infiere que el carbono adicional en la muestra está asociado a otros elementos como el Ca, Mg y silicatos.

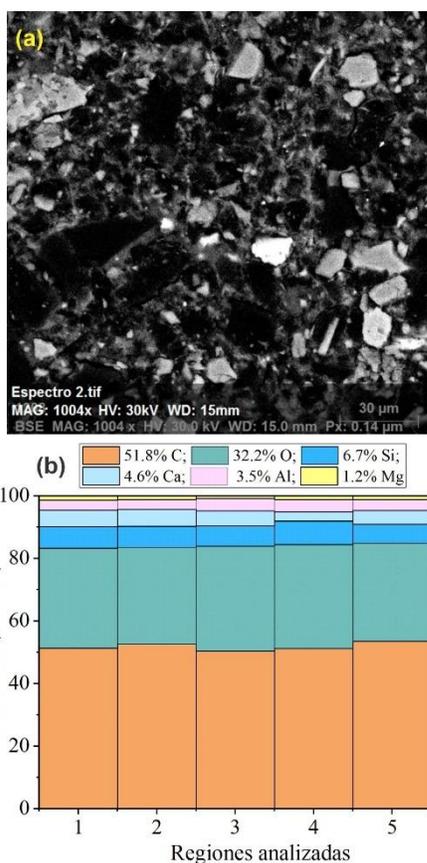


Fig. 4 (a) Micrografía SEM-BSE del mineral carbonáceo. (b) Análisis EDS del mapeo de regiones de la muestra del mineral carbonáceo.

La comparación entre los espectros FTIR de la materia carbonosa y el carbón activado comercial confirma la notable similitud entre estos materiales, lo que implica que son “químicamente equivalentes” [2]. La Fig. 5, muestra el espectro FTIR del mineral de oro carbonáceo. Las bandas de absorción en los espectros se asignaron en función de la comparación con los patrones estándar informados en la literatura [21]. El espectro FTIR exhibe una amplia banda de absorción entre 3600 y 3200 cm^{-1} debido a los grupos OH y NH en el mineral y la materia orgánica. Los picos cercanos a 1600 cm^{-1} y 1400 cm^{-1} se pueden atribuir a la vibración de estiramiento C-C de materiales policíclicos. Las señales ubicadas a 1200 cm^{-1} y 1000 cm^{-1} son el resultado de la absorción de materias minerales. Los carbones en bruto exhiben bandas prominentes en la región de 1200 a 1000 cm^{-1} debido a la vibración de flexión Si-O. Además, el rango espectral de 750 ~ 400 cm^{-1} también contiene señales provenientes de los componentes minerales. La banda de absorción a 475 cm^{-1} es debido a los disulfuros y mercaptanos del carbón. El espectro FTIR demostró la estructura orgánica general del carbón presente en el mineral de oro carbonáceo.

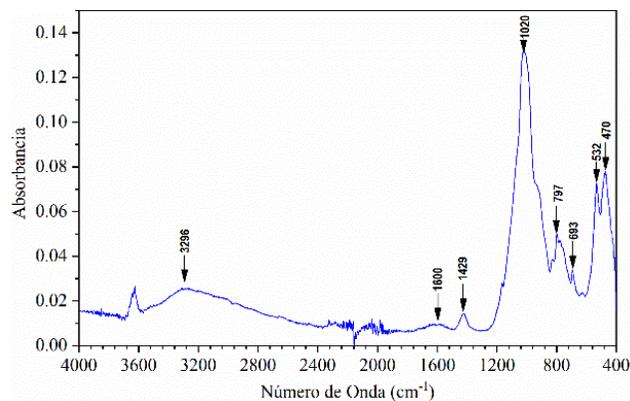


Fig. 5 Espectro FTIR del mineral de oro carbonáceo

B. Ensayo de Preg-robbing y Cianuración

El mineral carbonáceo (80% pasante malla N° 200) estuvo en contacto por 30 min con la solución conteniendo 5.0 mg L^{-1} de oro. La concentración de oro en la solución disminuyó a 0.283 mg L^{-1} , por lo que el mineral carbonáceo adsorbe el 94.34 % de oro de la solución. La recuperación de oro en la prueba de cianuración convencional fue de solo 3.36 % ($0.33 \text{ g t}^{-1} \text{ Au}$), corroborando la naturaleza preg-robbing del mineral de oro carbonáceo. En el ensayo preg-robbing se agitó el mineral durante 30 minutos con la solución rica en oro, en cambio en la prueba de cianuración de botella se hizo por 24 horas, usando cianuro para incrementar la extracción de oro; sin embargo, al tener más tiempo de contacto el oro libre disuelto por cianuración, el carbón orgánico del mineral lo vuelve a absorber, obteniendo baja recuperación de oro.

C. Ensayos de Lixiviación Oxidativa y Tostación

El residuo de la primera cianuración convencional fue oxidado con HCl con la finalidad de liberar el oro que pudiera estar presente en los minerales carbonatos. Esto posteriormente sería recuperado mediante una cianuración. Sin embargo, la recuperación del Au mediante este proceso de oxidativo – cianuración, fue baja de solo el $8.15 \pm 0.14 \%$ ($0.80 \pm 0.01 \text{ g t}^{-1}$). La disolución de los carbonatos no fue del todo efectiva, porque se observó su presencia mediante SEM-EDS y XRD, Fig. 6. Esto explicaría la baja recuperación de oro junto con el oro que fue disuelto y capturado por el mineral carbonáceo. Probablemente se requiera condiciones más drásticas para disolver los minerales complejos de $(\text{CaMg})\text{CO}_3$.

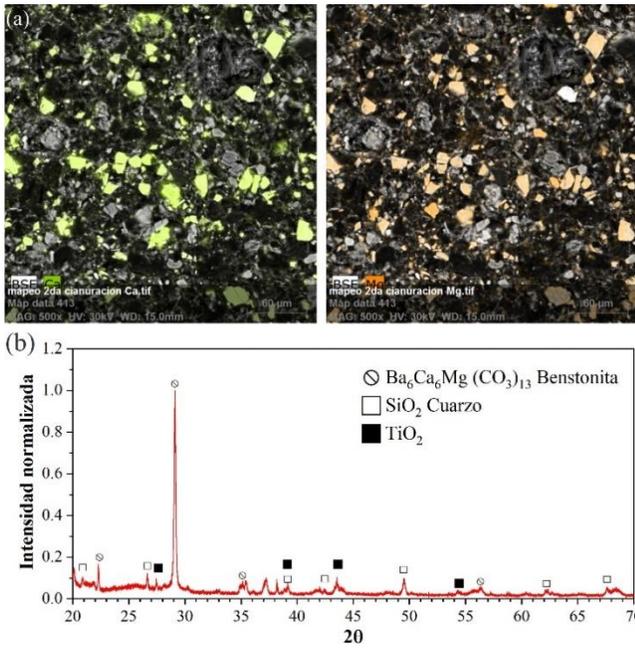
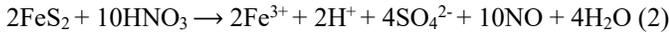


Fig. 6 Mapa SEM-EDS de los elementos Ca y Mg (a), y espectro de difracción de rayos-X (b) presente en los residuos de cianuración después del tratamiento oxidativo con HCl

La lixiviación oxidativa con HNO₃ destruye todos los sulfuros remanentes, especialmente la pirita [2], mediante la siguiente reacción:



En este proceso oxidativo – cianuración, la recuperación de oro fue de solo $2.20 \pm 0.17 \%$ ($0.22 \pm 0.03 \text{ g t}^{-1}$). Esta baja recuperación se explica por la mínima presencia de pirita siendo más notoria la presencia de material carbonáceo. La recuperación acumulada hasta la lixiviación oxidativa con HNO₃ fue de solo el 13.71 %. Este resultado indica que la muestra es un mineral altamente carbonáceo refractario. La Fig. 7, muestra mapas SEM-EDS del residuo de la tercera cianuración donde se observa la presencia de carbonatos complejos Ca-Mg, aluminio-silicatos y material carbonáceo con contenido de azufre.

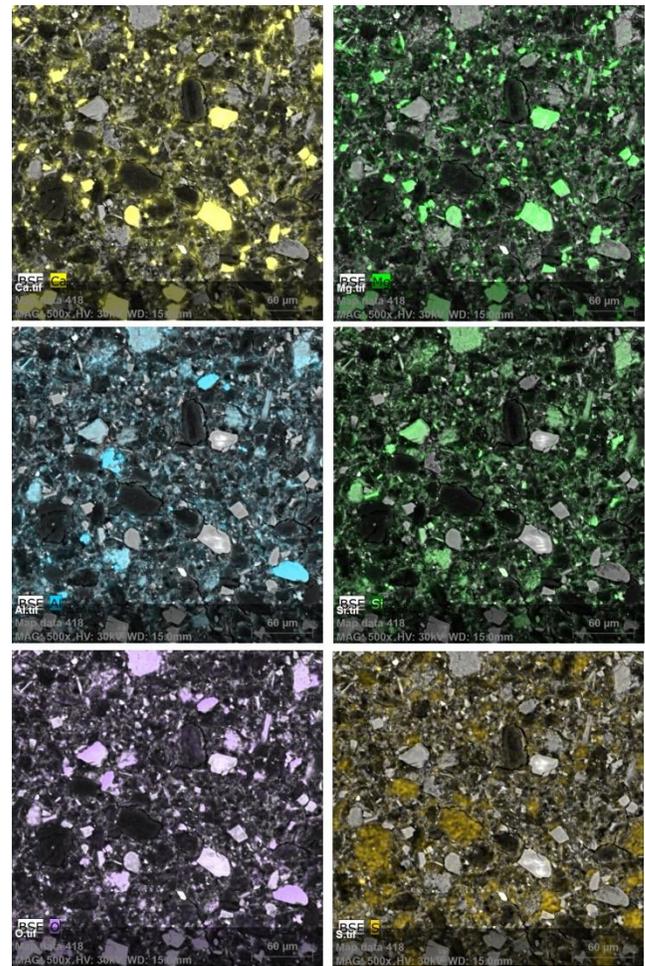
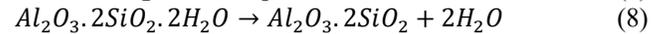
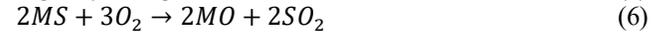


Fig. 7 Mapa SEM-EDS de los elementos Ca, Mg, al, Si, O y S presente en los residuos de cianuración después del tratamiento oxidativo con HNO₃.

Los residuos del proceso de oxidativo HNO₃ – cianuración fueron sometidos a tostación a una temperatura de 800 °C, para destruir la materia carbonosa. Las reacciones químicas principales en el proceso de tostación son las siguientes [2, 16]:



El diagrama de difracción de los residuos de tostación, Fig. 8, muestra los principales minerales detectados en estos residuos. Después del proceso de tostación, el mineral fue cianurado para recuperar el oro liberado desde la destrucción del mineral carbonáceo. La recuperación fue de solo el 25.42 % Au, mucho menor de lo que se esperaba. La tostación destruye el mineral carbonáceo y libera al Au, pero a su vez durante la tostación a alta temperatura ocurrió una transformación mineralógica, donde el mineral formado en este caso Ca₆O₁₉Si₆ y Ca₂MgO₇Si₂ podría volver atrapar al oro liberado

disminuyendo su recuperación durante la cianuración. Similares resultados de recuperación han sido reportados en procesos de tostación. En la Ref. [18] reportaron que, durante el tostado a 800 °C, las materias con un punto de fusión bajo se fundían lo que probablemente conducía a la encapsulación secundaria de partículas de oro y, por lo tanto, a una disminución en la eficiencia de lixiviación del oro. De igual manera en la Ref. [16] se reportó que, por encima de 750 °C, la estructura porosa de la calcita comenzó a colapsar junto con la aglomeración, lo que llevó a la encapsulación secundaria de partículas de oro, y contribuyó a la fuerte caída en la velocidad de lixiviación de oro del producto tostado.

En la Tabla IV se resume los resultados de recuperación de oro mediante la lixiviación oxidativa y tostación.

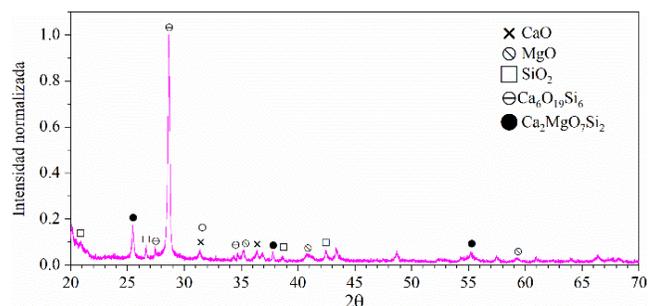


Fig. 8 Espectro de difracción de rayos-X de los residuos de tostación

TABLA IV
RESULTADOS DE LA LIXIVIACIÓN OXIDATIVA Y TOSTACIÓN DEL
MINERAL AURÍFERO CARBONÁCEO

Etapa	Grado Recuperado Au (g/t)	Recuperación por etapa Au (%)	Recuperación acumulada Au (%)
NaCN	0.33	3.36	3.36
HCl/NaCN	0.80 ± 0,01	8.15 ± 0.14	11.51
HNO ₃	0.22 ± 0.03	2.20 ± 0,17	13.71
Tostación	2.50 ± 0.06	25.42 ± 0.11	39.13
Colas	5.98 ± 0.06	60.87	100
Mineral cabeza	9.83		100

D. Ensayos de tostación directa

Considerando las pobres recuperaciones de oro del mineral aurífero carbonáceo obtenidas con la lixiviación oxidativa y la tostación a 800 °C, se consideró evaluar la tostación directa de la muestra de mineral carbonáceo, con tres temperaturas de 500 °C, 600 °C y 700 °C. Después de la tostación, las calcinas fueron cianuradas. La Tabla V muestra los resultados obtenidos de pérdida de peso y recuperación de oro en función de la temperatura de tostación. Conforme incrementa la temperatura de tostación, incrementa la pérdida de peso durante la tostación e incrementa la recuperación de oro durante la cianuración. Este aumento de la extracción de oro se debe probablemente a la disminución del carbón orgánico en la muestra calcinada. Los datos de pérdida de peso a 700 °C (22.83 %) están en concordancia con el porcentaje de carbón orgánico en el mineral (24.03 %C) obtenido por ensayo Leco SC. Se infiere que, al disminuir el carbón orgánico, disminuye el efecto preg-robbing durante la cianuración, y por lo tanto se incrementa el porcentaje de extracción de oro. Los resultados

guardan relación con los obtenidos en la Ref. [16], donde evaluaron temperaturas de tostación de 500 °C, 650 °C y 850 °C, en función a la velocidad de lixiviación del oro y reportaron la más alta y más baja recuperación de oro a 650 °C y 850 °C, respectivamente. En la figura 9, se muestra el mineral carbonáceo y las calcinas obtenidas a temperaturas de 500°C, 600°C y 700°C, donde se puede observar la tonalidad obtenida con cada temperatura elevada. Un estudio posterior se considera evaluar el efecto de la temperatura de tostación sobre los cambios de fases y estructura de los minerales presentes en la calcina y su efecto en la recuperación del oro de este mineral de oro altamente carbonáceo.

TABLA V
RESULTADOS DE LA LIXIVIACIÓN OXIDATIVA Y TOSTACIÓN DEL
MINERAL AURÍFERO CARBONÁCEO

Temperatura tostación (° C)	Pérdida de peso (%)	Grado Recuperado Au (g t ⁻¹)	Recuperación Au (%)
500	15.31 ± 1.47	6.83 ± 0.06	69.48 ± 0.61
600	17.31 ± 0.75	8.29 ± 0.09	84.37 ± 0.93
700	22.83 ± 0.56	8.95 ± 0.03	91.06 ± 0.31



Fig. 9 Muestras correspondientes al mineral carbonáceo y calcinas obtenidas a temperatura de 500, 600 y 700 °C.

IV. CONCLUSIONES

Se realizó el tratamiento de un mineral aurífero carbonáceo procedente de la región de Ancash – Perú, mediante lixiviación oxidativa-tostación y tostación directa. El análisis mineralógico del mineral indicó la presencia principalmente de carbono fijo, carbonatos, cuarzo y menor porcentaje pirita. La recuperación de oro en las pruebas de cianuración convencional fue de 3.36 %, mostrando la elevada refractariedad del mineral. Las pruebas de Preg-robbing presentaron 94.34 % de adsorción de oro en 30 minutos de agitación corroborando la refractariedad del mineral. La lixiviación oxidativa con ácido clorhídrico seguido de cianuración mostró 8.15 ± 0.14% de recuperación de oro, debido a la lixiviación de los carbonatos. La lixiviación oxidativa con ácido nítrico presentó solo un 2.20% ± 0.17% de recuperación de oro, debido al bajo porcentaje de sulfuros de pirita que se corrobora con la caracterización de difracción de rayos X. La tostación a 800°C del residuo seguido de cianuración mostró 25.42 ± 0.11% de recuperación de oro, siendo muy baja a lo esperado en esta etapa, mediante XRD se

observó que en la tostación a alta temperatura ocurrió una transformación mineralógica, donde el mineral formado en este caso $\text{Ca}_6\text{O}_{19}\text{Si}_6$ y $\text{Ca}_2\text{MgO}_7\text{Si}_2$ es el que podría volver atrapar al oro liberado y disminuiría la recuperación durante la cianuración. En la tostación directa del mineral carbonáceo a 500 °C, 600 °C y 700 °C, se observó que la pérdida de masa está relacionada con el incremento de la temperatura, siendo de $22.83 \pm 0.56 \%$ a 700 °C que es similar al carbono fijo del mineral, y donde se recuperó $91.06 \pm 0.31 \%$ de oro, corroborando que la refractariedad lo ocasiona el carbono fijo del mineral. En base a estos resultados se considera posteriormente evaluar el efecto de la temperatura de tostación sobre los cambios de fases y estructura de los minerales presentes en la calcina y su efecto en la recuperación del oro de este mineral de oro altamente carbonáceo.

AGRADECIMIENTO

Este proyecto fue financiado por el Programa Nacional de Investigación Científica y Estudios Avanzados (PROCIENCIA) - PERÚ, mediante el Contrato No. 111-2018-FONDECYT-BM-IADT-SE.

REFERENCES

- [1] H. Yang, L. Qian, X. Song, and J. Dong, "Research status of carbonaceous matter in carbonaceous gold ores and bio-oxidation pretreatment". *Trans. Nonferrous Metals Soc. China*, vol. 23, no. 11, pp. 3405–3411, November 2013.
- [2] M. Adams, *Gold ore processing: Project development and operations*. Elsevier Science Ltd, 2016.
- [3] J. Marsden, I. House, *The Chemistry of Gold Extraction*. SME, Englewood, USA, 2006, pp. 19-443.
- [4] S. Ramli, and R. Osman, "Meeting the challenge of Penjom Gold Mine's geology in the recovery of fine gold in carbonaceous ores". *Bull. Geol. Soc. Malaysia*, vol 61, pp. 1–9, December 2015.
- [5] W. Goodall, J. Leatham, and P. Scales, "A new method for determination of preg-robbing in gold ores". *Minerals Engineering*, vol. 18, pp. 1135-1141, May 2005.
- [6] R. Dunne, K. Buda, M. Hill, W. Staunton, G. Wardell, and V. Tjandrawan, "Assessment of options for economic processing of preg-robbing gold ores". *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*, vol 121, no. 4, pp. 217-223, August 2012.
- [7] E. Mohammadi, M. Pourabdoli, M. Ghobeiti-Hasab, and A. Heidarpour, "Ammoniacal thiosulfate leaching of refractory oxide gold ore", *Int. J. Miner. Process*, vol 164, pp. 6-10, 2017.
- [8] B. Xu, K. Li, Q. Zhong, Q. Li, Y. and Yang, T. Jiang, "Study on the oxygen pressure alkaline leaching of gold with generated thiosulfate from sulfur oxidation", *Hydrometallurgy*, vol. 177, pp. 178-186, 2018.
- [9] G. Yujie, et al., "A novel bio-oxidation and two-step thiourea leaching method applied to a refractory gold concentrate". *Hydrometallurgy*, vol. 171, pp. 213–221. August 2017.
- [10] B. Nanthakumar, C. Pickles, and S. Kelebek, "Microwave pre-treatment of a double refractory gold ore", *Miner. Eng.*, vol. 20, No. 11, pp. 1109–1119, 2007.
- [11] I. De Michelis, et al, "Roasting and chlorine leaching of gold-bearing refractory concentrate: Experimental and process analysis", *Int. J. Min. Sci. Technol*, vol. 23, No 5, pp. 709–715, 2013.
- [12] J. Hammerschmidt, J. Guntner, B. Kerstiens, "Roasting of gold ore in the circulating fluidized-bed technology", *Dev. Miner. Process*, vol. 15, no 9, pp. 433–453, 2005.
- [13] Q. Li, Y. Zhang, X.L. Liu, B. Xu, Y.B. Yang, and T. Jiang, "Improvement of gold leaching from a refractory gold concentrate calcine by separate pretreatment of coarse and fine size fractions", *Fortschr. Minera*, vol. 7, no 5, pp. 80–89, 2017.
- [14] N.C. Choi, B.J. Kim, K. Cho, S. Lee, C.Y. Park, and N.C. Choi, "Microwave pretreatment for thiourea leaching for gold concentrate", *Metals*, vol. 7, No 10, pp. 404–411, 2017.
- [15] S. Zhang, Y. Zheng, P. Cao, C. Li, S. Lai, and X. Wang, "Process mineralogy characteristics of acid leaching residue produced in low-temperature roasting-acid leaching pretreatment process of refractory gold concentrates", *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, vol. 25, pp. 1132–1139, 2018.
- [16] J. Jin, Y. Han, H Li, Y. Huai, Y. Peng, X. Gu, and W. Yang, "Mineral phase and structure changes during roasting of fine-grained carbonaceous gold ores and their effects on gold leaching efficiency", *Chinese Journal of Chemical Engineering*, vol. 27, pp.1184–1190, August 2018.
- [17] P. Cao, S. Zhang, Y. Zheng, H. He, S. Lai, X. Wang, and B. Tan, "Differences of cyanide leaching between calcine and dust from refractory gold concentrates", *Transactions Nonferrous Metals Society China*, vol. 30, pp. 1964–1979, May 2020.
- [18] B. Liu, Z. Zhang, L. Li, Y. Wang, "Recovery of gold and Iron from the cyanide tailings by magnetic roasting", *J. Rare Met. Mater. Eng.*, vol. 42, no 9, pp. 1805–1809, September 2013.
- [19] G. Ofori, M. Tien, K. Osseo, "Myco-hydrometallurgy: Coal model for potential reduction of preg-robbing capacity of carbonaceous gold ores using the fungus, *Phanerochaete chrysosporium*". *Hydrometallurgy*, vol. 102(1-4), pp. 66-72, April. 2010.
- [20] W. Goodall, J. Leatham, P. Scales, "A new method for determination of preg-robbing in gold ores". *Minerals Engineering*, vol. 18, pp. 1135- 1141, 2005.
- [21] T. Xiuxiang, Y. Yancheng, X. Ning, "Desulphurization of high-sulfur coking coal by microwave irradiation assisted with alkali solution". In: *Litvinenko V. (eds) XVIII International Coal Preparation Congress*. Springer, Cham, October. 2016