

Flotación colectiva pirita-arsenopirita-oro de los residuos de Noche Buena, Zac., y su separación en concentrados pirita-oro y arsenopirita

Ma. M. Salazar-Hernández¹, Ma. del C. Salazar-Hernández², M. A. Corona-Arroyo¹, M. Caudillo-González¹, y E. Elorza-Rodríguez^{1*}.

¹ Departamento de Ingeniería en Minas, Metalurgia y Geología Ugto, Ex-Hacienda de San Matías S/N, Guanajuato, Gto.,

² Unidad Profesional Interdisciplinaria de Ingenierías Campus Guanajuato. Instituto Politécnico Nacional, Silao de la Victoria Gto., México. ^{1*} erelorza@ugto.mx.

RESUMEN

Siempre ha existido interés por el retratamiento de residuos de antiguas operaciones mineras. Durante los 70-80's del siglo XX se concentró Scheelita por medios gravimétricos a partir de residuos de flotación, hoy día, el interés lo es por aquellos que contienen oro, tierras raras, entre otros.

Los antiguos residuos de flotación de Noche Buena, Melchor Ocampo Zac., los cuales totalizan 1.2 Mton, con concentraciones de oro y plata de 3.0 y 40 g/ton, respectivamente, fueron caracterizados y sometidos a un estudio metalúrgico con la finalidad de definir el proceso o combinación de procesos que permita la concentración-extracción de los metales preciosos. Estudios con materiales similares y la caracterización mineralógica de estos residuos hace suponer una íntima asociación entre el oro y alguno de los sulfuros, pirita o arsenopirita. Los resultados de este estudio indican que una remolienda a un K80 = 50 micras, seguida por una concentración por flotación posibilitan la recuperación de 70-75% del oro en un concentrado colectivo de pirita-arsenopirita. La separación de este último, usando como oxidante peróxido de hidrógeno a un ORP de +450 mV y pH de 6.0, producen un concentrado de pirita-oro con un grado de 7.20 g Au/Ton y recuperación global mayor a 50% del oro en residuos.

La asociación pirita-oro fue confirmada a través de la caracterización mineralógica sobre una porción de concentrado colectivo pirita-arsenopirita-oro, usando Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) de manera indirecta, electrones retrodispersados. No obstante que la asociación pirita-oro es favorable para su comercialización; arsenopirita quedaría en residuos, con ella la recuperación global de oro se reduce a 50%. En el caso de no hacer separación, la recuperación de oro pudiera ser mayor a 70%, en este caso el arsénico deberá ser recuperado, estabilizado y confinado de manera segura.

PALABRAS CLAVE: Residuos de oro, oro asociado a sulfuros de hierro y/o arsénico.

INTRODUCCIÓN

De acuerdo con Fleming (2014), la producción de oro a nivel mundial se ha mantenido creciendo, esto como resultado de su alta cotización en el mercado, es probable que en 2021 y 2022, esta producción vaya hacia la baja esto como resultado de la contingencia por *covid*. A diferencia de otros metales, cuyos precios son dictados por factores de oferta-demanda, los del oro son influenciados por factores como interés e inflación, debiéndose hacer notar que el sentimiento de los inversionistas es voluble y no debe subestimarse (Adams, 2016).

Similarmente, el impacto en el precio del oro en los costos de operación y exploración no debe subestimarse, muchas compañías están respondiendo con planes a corto plazo, tales como: reducción de la exploración, diferimiento del costo de capital en proyectos de crecimiento, otras respuestas más críticas lo son el minar menos cuerpos más ricos, lo que resulta en posponer el desarrollo de mina, tajo u otros desarrollos. Lo anterior resultará que, en los próximos años la industria del oro disminuirá, lo que sin duda presentará retos para la industria minera y los proveedores de tecnología e ingenieros para incrementar la producción a menores costos y mejores recuperaciones (Adams, 2016; Macrotrends, 2021).

Durante 2020, la producción de oro en México solo observó una reducción durante los dos meses posteriores a marzo, cuando se decretó el cierre por la pandemia. Con esta producción se ocupó el noveno lugar a nivel mundial de este metal, China ha pasado a ser el primer productor de oro, dejando atrás a Sudáfrica, esto debido, principalmente, a sus métodos de minado-producción. En cuanto a reservas, Norte y Central América poseen el 31% de las reservas de oro en el mundo, seguido por Sudáfrica con el 20%, Australia 12%, entre otros (Adams, 2016; INEGI, 2021).

Antes de 1989, los métodos de tratamiento de menas de oro eran: gravimetría (14.1%), gravimetría + lixiviación (30.0%), cianuración (50.3 %) y métodos para refractarios (5.6%). Para 2006, se infería que la proporción de oro producido a partir de menas refractarias era superior a 30%, y los métodos de tratamiento usados lo eran predominantemente oxidantes. El análisis de la industria del procesamiento-extracción de menas de oro por Adams (2016), indica que, más del 38% provenía de menas refractarias, seguido de lixiviación en montones con 30%, cianuración/CIL de oro liberable por molienda con 18% y con 14% proveniente de la fundición de concentrados de plomo-cobre. Las rutas de tratamiento para menas refractarias incluyen: 21% de tostación (ROAST), 10% oxidación a presión (POX), 5% molienda ultrafina (UFG) y 2% de lixiviación con bacterias (BIOX) (Grewal y Kleek et al., 2014; Elorza, 2020).

Sin lugar a duda, el gran cambio en la producción de oro es la proporción proveniente del tratamiento de menas refractarias, en la que la tostación contribuye con 21%. Este porcentaje es inesperado, ya que en épocas previas a 2012, se llegaron a considerar estos como vías altamente contaminantes. Asimismo, sobresale el que grandes compañías, como Outotec ofrezcan y construyan plantas llave en mano de biolixiviación, definitivamente esto ha influido en el porcentaje de refractarios tratados por esta vía. Actualmente, en México, existe un gran interés por el tratamiento-recuperación de la fracción de oro

asociado a pirita-arsenopirita tanto en residuos de concentraciones por flotación vigentes (Peñasquito, Minera William, Saucito) como de operaciones antiguas (Noche Buena, El Oro México). La recuperación de este oro se realiza flotando un concentrado colectivo de piritas, molienda ultrafina a tamaños de aproximadamente 10 micras y lixiviación con cianuro de los valores de oro. En casos de oclusión la extracción del oro sólo es posible mediante un pretratamiento que involucre la destrucción de la matriz; entre estos procesos cabe mencionar: biolixiviación, oxidación en autoclave-cianuración; 125 lb/pulg² y 125 °C, o tostación-cianuración (Suárez, 2006; Adams, 2016; Islas y Elorza, 2018).

ANTECEDENTES

Aproximadamente del total de reservas disponibles de oro, el 40% corresponde al tipo: pirita, arsenopirita y pirrotita (Chanturiya y Federov et al., 2003). La pirita es el segundo mineral huésped más común de las especies de oro, es un sulfuro relativamente estable, recurrentemente acompaña a los minerales de oro y plata. Esta asociación puede mostrar muy diversa complejidad, es decir, el oro puede encontrarse finamente diseminado sobre las piritas, pero expuesto. En otras puede encontrarse incluido a tamaño muy fino (0.10 a 1.0 µm) dentro de granos pirita de entre 5 a 15 micras, o bien dentro de la red cristalina de la pirita (oro invisible). Bajo estas dos últimas asociaciones, es necesaria una remolienda a tamaño finos para obtener una completa o parcial liberación de las partículas de los metales preciosos o bien la oxidación de los sulfuros antes de proceder a su extracción.

El retratamiento de residuos de oro ofrece ventajas de no costos de minado y “bajos” de reducción de tamaño, no obstante, la alta concentración del metal precioso en residuos, comúnmente, infiere algún problema de refractariedad. Los residuos de oro comúnmente caen dentro de tres categorías: finos, tamaño de partícula de aproximadamente 70-75% a -74 micras; arenas, 10-20% pasando 74 micras; y rocas de descapote (Muir y Mitchell et al., 2016). La concentración de oro en estos materiales suele ser baja, 0.15-0.35 g Au/Ton, no obstante en algunos casos cuando hay presencia de sulfuros sus concentraciones pueden ser mayores (Islas y Elorza, 2018; Grammatikopoulos y Downing, 2019). La evaluación metalúrgica de estos residuos puede incluir procesos como: concentración gravimétrica, flotación y cianuración, entre otros. Esta última suele realizarse usando parámetros y condiciones estándar como dilución:42% Sólidos w/w, 0.20-0.30% NaCN, álcali protector 0.05% CaO y 18 a 24 horas de tratamiento, así como carbón activado. La flotación colectiva de metales preciosos suele ser también una opción viable para obtener productos de mayor concentración, no obstante es importante reconocer que las recuperaciones no sobrepasaran el 60-70% (Muir y Mitchell et al., 2016). Cuando los valores de oro se asocian a sulfuros de pirita-arsenopirita, lo procedente es flotar un concentrado colectivo, el cual sea posteriormente sometido a una separación, esta última con la finalidad de alcanzar la mayor concentración de oro posible, así como delimitar el proceso de recuperación de oro. La separación es importante debido a los estrictos límites de la concentración de arsénico que deben tener los concentrados, la presencia simultánea de pirita y

arsenopirita en muchas de las menas limita su concentración por flotación, y prácticamente excluye su tratamiento por cualquier proceso pirometalúrgico (*Iglesias y Palencia et al., 1992; Subramanian y Connelly et al., 2005*).

El oro contenido en menas o residuos de pirita y arsenopirita, primeramente, debe ser concentrado, siendo el objetivo principal incrementar la recuperación del metal precioso y reducir la masa del producto al maximizar la selectividad en el proceso de separación. La separación de los sulfuros de hierro y arsénico a través de una flotación selectiva puede, en determinados casos, reducir la masa de producto que será enviado al siguiente paso de extracción, y permitirá recuperar el oro de un concentrado de pirita libre de arsénico usando un proceso pirometalúrgico de bajo costo. Lo anterior siempre y cuando los valores de oro se encuentren total o mayormente asociados a pirita (*Chanturiya y Federov et al., 2003*).

La separación *pirita-arsenopirita* de sus concentrados bulk, ha visto en la última década un gran número de propuestas, entre las que sobresalen: humeato de sodio (HA)- Na_2CO_3 , peróxido de hidrogeno (H_2O_2), dióxido de cloro (ClO_2), hipoclorito (ClO^-), entre otras. Sales inorgánicas y reactivos orgánicos, aducen proporcionar resultados favorables, procesos simples y controlables, los que pudieran ser de interés para la industria minero-metalúrgica (*Subramanian y Connelly et al., 2005; Dong y Zhu et al., 2019; Xiaopeng y Jianhua et al., 2019; Zaizheng y Yimin et al., 2019; Forson y Zanin et al., 2021*).

MATERIALES Y MÉTODOS

El material de prueba para esta investigación fue extraído del confinamiento de residuos de las antiguas operaciones de Noche Buena a través de un exhaustivo muestreo. Consistente este en la sistemática perforación de pozos-toma de muestras, secado, pesado, compositado y finalmente homogeneización de las porciones extraídas en proporciones definidas tomando en cuenta la segregación que tiene lugar durante el confinamiento, ver Figura 1 (*Muir y Mitchell et al., 2016; Pérez-Pérez y García-Dobarganes et al., 2017*).

La muestra primaria se obtuvo de la perforación de 34 barrenos con profundidades variables de 0-6 o 0-14 metros. Cada dos metros de barrenación constituyeron una muestra (5-8 kilogramos), totalizando estas 161 con una masa total de aproximadamente 1.5 toneladas. Una porción de 50-60 kg del compuesto general fue provista para su caracterización mineralógica a SGS (Estados Unidos), y una masa similar fue entregada para su estudio metalúrgico al Departamento de Minas, UGTO.

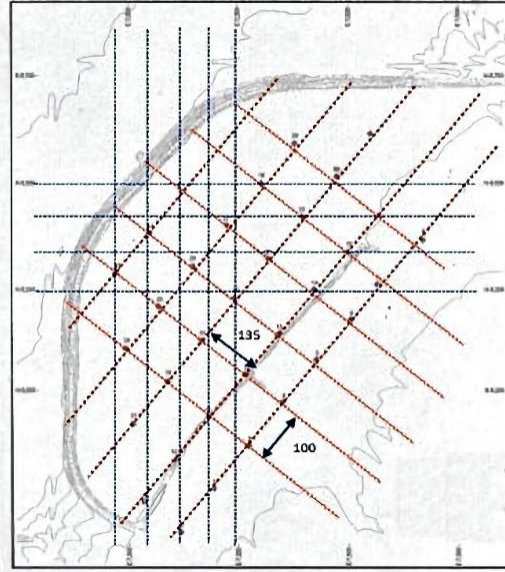


Figura 1.- Muestreo de residuos de oro.

Caracterización física

La determinación de distribución de tamaño de partícula se realizó en húmedo, lavando una porción sobre la malla 325. Las fracciones retenidas en mallas una vez pesadas, se analizaron por absorción atómica y gravimetría. La Figura 2, muestra la distribución de tamaño de partícula, el K_{80} de 160 micras, clasifica los residuos como finos (~ 70% @ 74 micras).

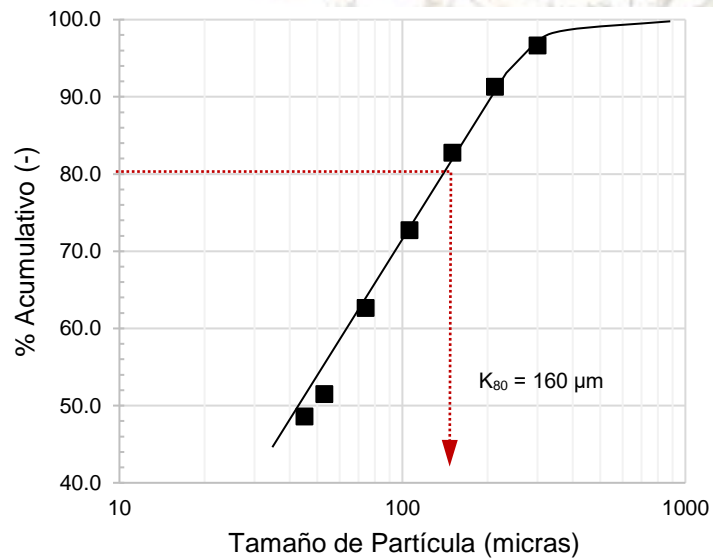


Figura 2.- Distribución de tamaño de partículas de los residuos de oro de Noche Buena.

Caracterización química

La muestra fue provista con un anexo digital, con información de su caracterización química y mineralógica, no obstante, una vez homogeneizada esta y pesada en porciones de un kilogramo se repitieron análisis químicos sobre una porción representativa. La Tabla 1, lista los ensayos químicos incluidos en el anexo digital, así como los realizados en el Departamento de Minas

Tabla 1.- Concentración de metales base y preciosos en muestra de residuos (Grammatikopoulos y Downing, 2019).

MUESTRA	Ley g/Ton		Ensayes %				Fuente
	Au	Ag	Pb	Zn	Cu	Fe	
Residuos Noche Buena	3.05	42	1.99	0.84	0.05	9.11	Anexo Digital
Residuos Noche Buena-M	2.77	16				8.61	Depto. Minas

Caracterización mineralógica

El análisis cuantitativo del material mediante microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS) indica que, la muestra consiste principalmente de *calcita* (34.6%), *cuarzo* (22.3%), *wollastonita* (9.2%), *micas* (2.0%), *tremolita* (1.9%), *feldspato K* (1.7%), *plagioclasa* (1.7%), *otros silicatos* (1.2%), y cantidades traza de *talco*, *óxidos-Fe*, *otros óxidos*, *otros carbonatos*, *cloritas*, *arcillas* y *otros minerales*. *Pirita* (14.1%) es el principal sulfuro, seguido por *arsenopirita* (3.9%), *galena* (3.3%), *esfalerita* (1.0%), y *otros sulfuros* (0.12%). Tabla 2 resume los resultados de la difracción de rayos-X y Figura 3 muestra, en forma de un gráfico de barras, los porcentajes de liberación de los sulfuros en residuos (Grammatikopoulos y Downing, 2019).

Tabla 2.- Resultados del análisis de difracción de rayos-X de los residuos de oro de Noche Buena (Grammatikopoulos y Downing, 2019).

Muestra	Mayor	Moderado	Menor	Trazas
Noche Buena	Calcita	Cuarzo, Wollastonita	Pirita, mica, yeso, arsenopirita	Montmorillonita, galena, calcopirita

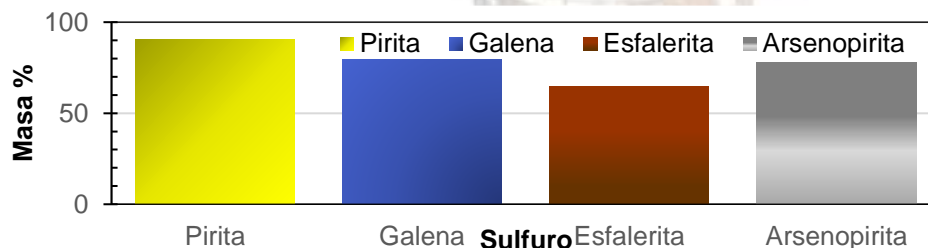


Figura 3.- Porcentaje de liberación de las principales especies en los residuos de oro Noche Buena (Grammatikopoulos y Downing, 2019).

No obstante, la concentración de oro en residuos es “alta”, la microscopía de barrido no lo detecto, y no fue posible identificar su asociación a alguno de los sulfuros de ganga. La distribución de tamaños valorada muestra que el 70% de los valores oro se encuentran a tamaños menores a 45 micras, la de los valores de fierro muy similar a esta primera, mientras que la de los valores de plata es de 50%.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Residuos de oro

La muestra de residuos colectada del confinamiento de las antiguas operaciones de Noche Buena, Zac., fue fraccionada para pruebas en porciones de un kilogramo (3.05 g Au/Ton, 42 g Ag/Ton, 1.99% Pb, 0.84% Zn, 9.11% y 1.79% As).

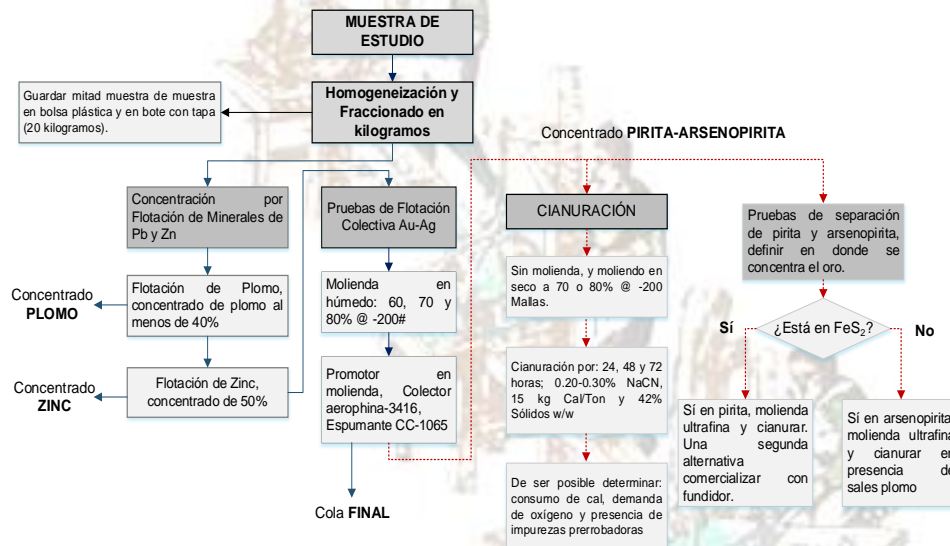


Figura 4.- Diagrama de bloques del proceso experimentación a los jales de Noche Buena (Pérez-Lozano, 2021).

El diagrama de bloques de la Figura 4, muestra el esquema general de experimentación para el retratamiento de residuos. Debido a la importancia económica de los metales preciosos, la experimentación-resultados aquí resumida se centró en la concentración por flotación y separación de los minerales de pirita y arsenopirita a alguna de las cuales se asocia el oro.

Celda de flotación aireación forzada

La Figura 5 muestra celda de flotación FLSmidth de aireación forzada, provista con los elementos de control y activación respectivos, tales como: botón de encendido, a un lado de este se localiza otro botón, el cual fija la velocidad del impulsor a una velocidad específica, comúnmente entre 500 a 700 rpm; mayores velocidades a esta causan vórtices o excesiva pérdida de pulpa.

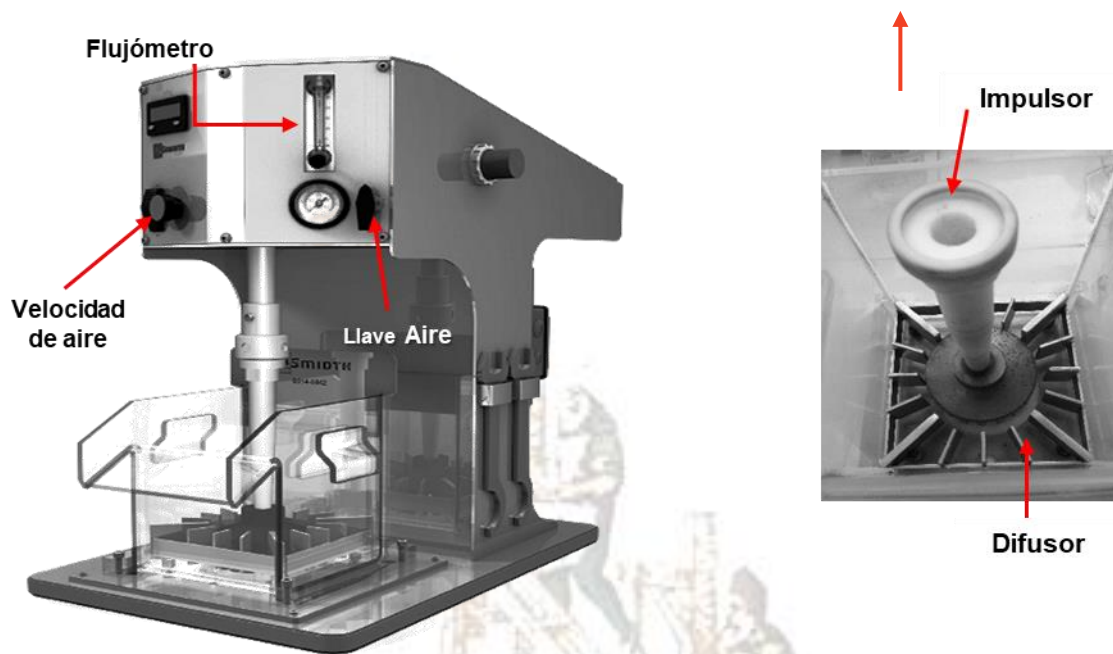
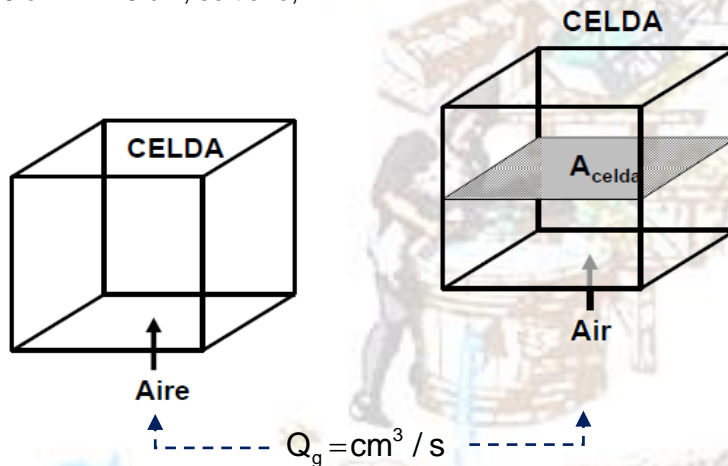


Figura 5.- Celda de flotación Essa-FTM101 y sus elementos (FLSmith): botón de encendido, botón velocidad, flujómetro, llave aire, celda-difusor e impulsor.

El flujo de aire está condicionado al tamaño de la celda, específicamente al área de celda, de manera que la velocidad de aire en celda sea de 0.5-2.5 cm/s. Por ejemplo, para la celda de un litro con dimensiones transversales de 17.5 cm x 17.5 cm, se tiene,



- J_g , independiente del tamaño de celda.
- Rango típica, 0.5-2.5 cm/s

$$J_g = \frac{Q_g}{A_{\text{cell}}} \text{ cm / s}$$
$$J_g = \frac{10000 \text{ cm}^3 / \text{min}}{17.5 \times 17.5 \text{ cm}^2} = \frac{166.67 \text{ cm}^3 / \text{s}}{306.25 \text{ cm}^2} = 0.54 \text{ cm / s}$$

Durante las pruebas, puede haber necesidad de ajustar el flujo de aire, esto con la intención de que la espuma se colecte mediante una paleta, no es recomendable se deje derramar. Sí el flujo de aire es demasiado alto, se corre el riesgo de inconsistencia entre prueba y prueba. Las velocidades de paleteo durante prueba se mantuvieron, según lo listado en Tabla 3.

Tabla 3.- Velocidades de paleteo en pruebas de flotación.

Etapa de Flotación	Velocidad Paleteo /min
Primario	28
Agotativa	28
Limpias	38

Metodología

Tanto las pruebas de flotación como de lixiviación fueron realizadas considerando diversos procedimientos estándar o normados: Flotación, *ASTM Coal Standar* e *ISO Committee on Coal Testing*; Lixiviación, *Contreras, McClelland y Muir (Contreras, 1967; McClelland, 1988; Crozier, 1992; Muir y Mitchell et al., 2016)*. La descripción de estos procedimientos y sus mejoras pueden ser encontrados y consultados en trabajos previos de los autores (*Suárez, 2006; E B Suárez-Chávez y E Elorza-Rodríguez et al., 2007; García-Torres y Salazar-Hernández et al., 2013; Prieto, 2013; Pérez, 2015*).

Las primeras pruebas de flotación colectiva pirita-arsenopirita-oro fueron abiertas, y tuvieron como finalidad maximizar la recuperación de oro variándose tiempos de remolienda (12, 14, 16, 24 y 30 minutos), consumo de reactivos y tiempos de flotación. El diagrama de flujo de pruebas lo conformó una etapa primaria (4'), una agotativa (2.5') y dos-tres etapas de limpias (2.5' c/u). Es importante resaltar un cambio en el esquema de concentración por flotación; retomado este de la experiencia industrial de minera **William**, siendo este la recirculación del total de productos intermedios: concentrado agotativo y medios de limpias, a la cabeza del primario, lo que permite maximizar grado y recuperación de los valores de oro.

Definidas las condiciones de la flotación colectiva, se realizarán pruebas cíclicas (cuatro ciclos), el concentrado de estas se sometió a separaciones a ORP entre + 450 - + 500 mV a pH's de 6 y 11, los oxidantes a probados lo fueron permanganato de potasio 1 M (KMnO₄), peróxido de hidrógeno (H₂O₂, 30%) e hipoclorito de sodio. Las pruebas de separación se realizaron sobre masas de 150 o 200 gramos de concentrado FeS₂-AsFeS-Au, el procedimiento general de estas es resumido a continuación.

La masa de concentrado se colocó en celda de un cuarto de kilogramo, se agrega agua y se ajusta al pH de prueba según sea el caso (6 o 11), se coloca probeta de ORP en celda y se agrega solución KMnO_4 hasta alcanzar el valor de +450 mV, se acondiciona por un tiempo de diez (10) minutos, al término se agrega espumante MIBC y se colecta-flota por espacio de dos minutos el primer concentrado de pirita. Previo a colectar el segundo concentrado, se ajusta nuevamente el pH a 6.0, ORP se mantiene entre +430 - +460 mV, se adicionan 28 g A-404/Ton, se acondiciona 5 minutos, finalizados estos se agrega espumante y se flota el segundo concentrado de pirita por dos minutos.

Las lixiviaciones con cianuro de sodio se realizaron usando el sistema experimental mostrado en la Figura 6, este es un sistema de lixiviación dinámica constituido por un recipiente de plástico con capacidad de 3 L o bien de vidrio de 1 L, ambos provistos de baffles. La agitación del sistema se realiza mediante un cabezal de agitación Caframo de torque constante con motor de 1/2 HP, al que se adosa una flecha-propela tipo turbina de seis alabes y 5 cm de diámetro. La toma de muestras se realiza a través de la salida localizada en la parte baja del recipiente.

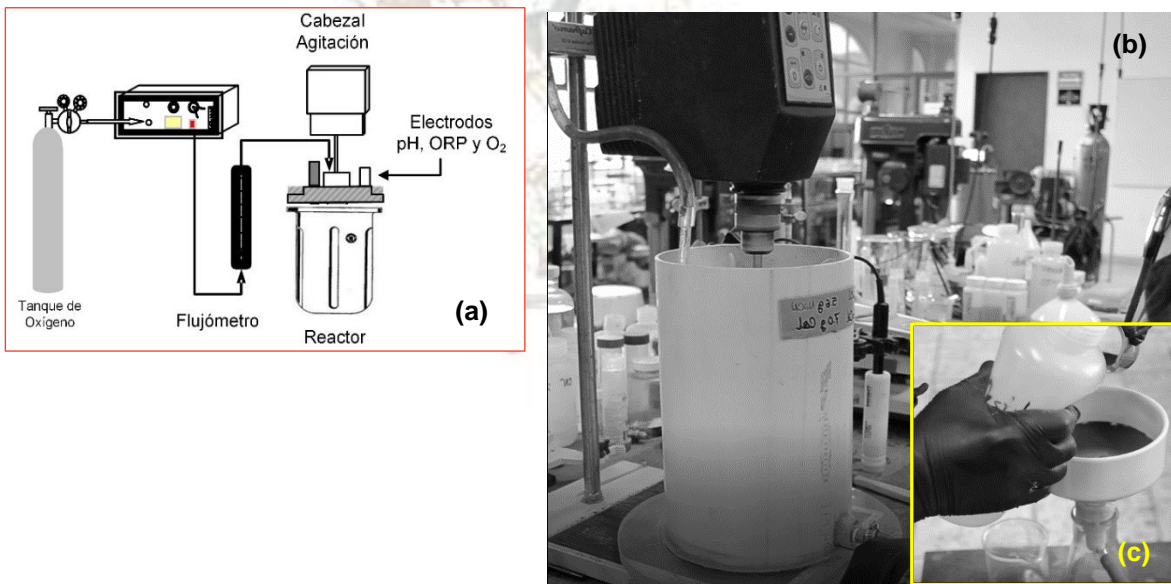


Figura 6.- (a) Sistema global, (b) Sistema de agitación, extracción muestra, y (c) filtrado y lavado de sólidos para ensaye químico (Pérez-Lozano, 2021).

Las pruebas de lixiviación con cianuro se realizaron sobre los residuos sin y con remolienda (24 min), concentrado colectivo y concentrado FeS_2 -Au remolido a 25 micras. Las condiciones de prueba, con base a experiencias previas, fueron: 0.05% CaO libre, 0.30% NaCN, 42% de sólidos (Dilución 1.4:1) y 48 horas de tratamiento.

El procedimiento de pruebas es el siguiente, se agregan las masas de agua y sólidos en una relación de 1.4:1 (42% Sólidos w/w o dilución 1.4:1), se activa la agitación, fijándose la velocidad a 500-600 rpm. Enseguida, se agrega cal, se ajusta el pH a 10.5-11.0 y se mide el oxígeno disuelto en pulpa. Se agrega el

cianuro de sodio y por último se abre el suministro de oxígeno, fijándolo a 15-20 cm³/min. Transcurridas 24, 48 y 72 horas, se extraen 40 a 50 mililitros de muestra y se filtran, del filtrado se toman 25 mililitros y se titulan por cianuro libre y álcali protector. Las concentraciones y título de soluciones de nitrato de plata (4.333 g/L) y ácido oxálico (5.625 g/L), corresponden para el volumen de muestra tomado a 0.01 % NaCN/mL y 0.01% CaO/mL, respectivamente. Calculados los consumos se hacen las reposiciones o se hace el cierre de prueba.

Procedimientos analíticos

Los análisis de oro y plata se realizaron por gravimetría (vía seca). El ensaye consiste en pesar cantidades de 5 a 20 gramos de muestra. Enseguida se vacían en crisoles donde se mezclan con 60 gramos de litargirio (PbO) y fundentes tales como bórax, harina, sílice, nitrato de potasio, etc. Integrados los materiales en el crisol, se funden en mufla a 1100 °C, al cabo de 45 minutos se vacían los contenidos en una payonera. Solidificadas las mezclas, se conforman a cubos, comúnmente llamados “payones”. Estos últimos son copelados sobre pequeños recipientes, hasta que solo queda en el fondo de estos un minúsculo botón de doré. Pesado el doré se aparta la plata con una disolución de HNO₃ (3:1 y 7:1). Las masas registradas antes y después del apartado son usadas para calcular las leyes de oro y plata (*Haffy y Riley et al., 1965; Pérez-Lozano, 2015*).

Las determinaciones elementales de Pb, Cu, Zn y Fe se realizaron vía absorción atómica de acuerdo con las normas 3500-PbB, -CuB, -ZnB y -FeB. Para ensaye se pesa una determinada masa de muestra, 0.20 o 0.50 g, se digiere en caliente con ácidos (190-200 °C). En el primer ataque se agregan 10 mL de ácido nítrico, llevándose hasta sequedad. Enseguida se levanta la pasta agregando 20 mL de ácido clorhídrico, se llevan a ebullición y se dejan ahí por espacio de cinco minutos. Realizada la digestión, cada muestra se filtra y recibe en matraces de 100 mL (papel filtro Whatman 41 o 42), se afora y se agita. De cada muestra concentrada, se hacen dos diluciones, ello según la concentración esperada del metal en solución (1/10 o 1/20, etc.), finalmente la muestras concentradas y diluciones son analizadas en espectrómetro de absorción atómica (*Clesceri y Greenberg et al., 1989*).

ANÁLISIS RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las pruebas abiertas de flotación colectiva se realizaron bajo las siguientes condiciones y diagrama de flujo, ver Tabla 4 y Figura 7.

Los resultados de prueba a diferentes tiempos de molienda y extendiendo el tiempo de flotación de la etapa primaria, son resumidos en Figura 8.

Tabla 4.- Reactivos, dosificaciones y puntos de adición.

ETAPA	pH	Tiempo (min)	CONSUMO DE REACTIVOS (g/Ton)			
			A-31	ZnSO ₄	XAP	glicol
Molienda	7.0	8, 12...30	30.0	300.0		
Acond.	5.5	5.0			80.0	
Primario	5.5	3.0				35.0
Agotativo	5.5	2.0			50.0	35.0
1era Limpia	5.5	1.5			10.0	
2da Limpia	5.5	1.5			10.0	

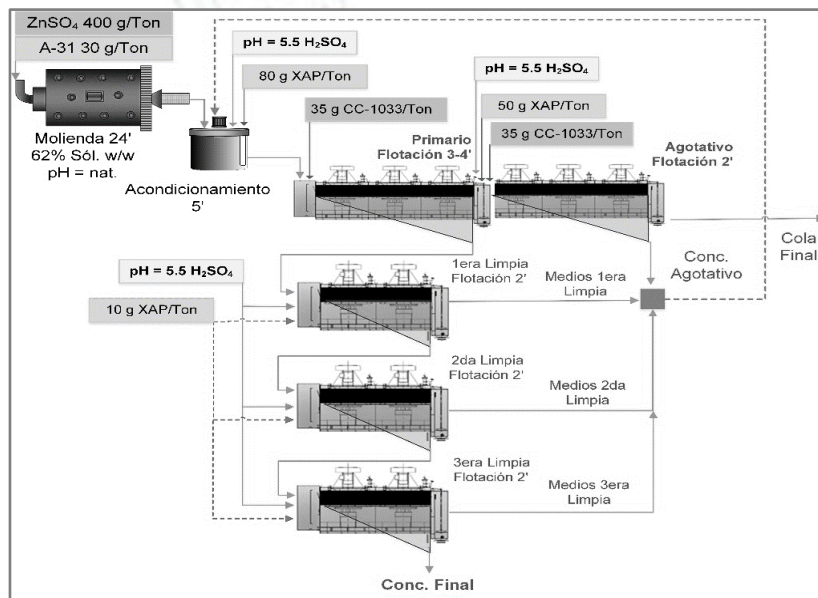


Figura 7.- Diagrama de flujo de flotación colectiva de los residuos Noche Buena, comprendiendo las etapas: primario, agotativo y dos-tres limpias.

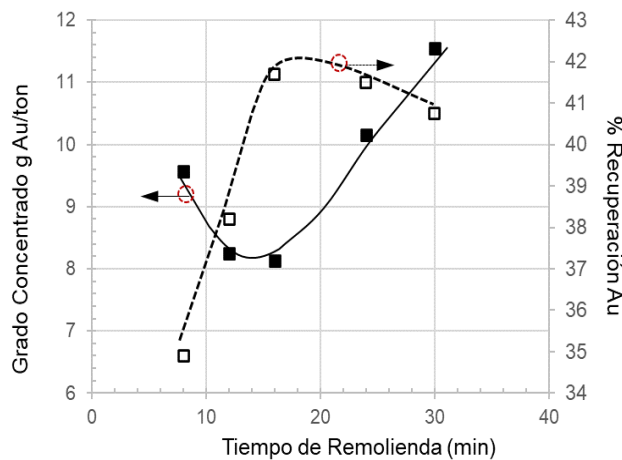


Figura 8.- Calidad y recuperación de concentrado final colectivo a diferentes tiempos de molienda, pruebas abiertas.

De los resultados arriba resumidos, correspondientes a las pruebas Pba-5 (24' remolienda) y Pba-6 (30'), se observó que las distribuciones de oro y plata en colas fueron de 30 y 50%, respectivamente, mientras que para la Pba-6; al extender el tiempo de flotación en primario a cuatro (4) minutos, las distribuciones en colas redujeron en diez (10) unidades porcentuales, es decir a 23% para Au y 41% para la plata.

Los resultados de pruebas 5 y 6 se usaron para estimar las posibles recuperaciones operacionales. Los cálculos se basaron en el procedimiento de balance de materia denominado *seudo-equilibrio*, consistente en asumir grados y masas en equilibrio y recircularlos de acuerdo con el diagrama de flujo base, el ciclaje matemático se extiende hasta el alcanzar el equilibrio, es decir la masa de entrada es igual a la de salidas, la Tabla 5 resume grado y recuperación de oro en concentrado colectivo FeS₂-AsFeS-Fe.

Tabla 5.- Grado y distribución de oro en concentrado colectivo, resultados base Pruebas 5 y 6.

PRODUCTO	Peso %	LEY (g/Ton)		% Distribución	
		Au	Ag	Au	Ag
Conc. Final (Pba-5)	14.9	10.161	29.33	60.76	24.34
Conc. Final (Pba-6)	17.4	11.55	66.95	67.97	46.97

Pruebas de separación FeS₂/AsFeS

Para definir la asociación sulfuro-oro y posible vía de extracción de este último, se realizaron pruebas de separación pirita-arsenopirita sobre porciones de 150 gramos de concentrado colectivo obtenido de pruebas cíclicas (700 g). Además, considerando que la ley de Au en concentrado colectivo es mayor que en los residuos iniciales, se realizó una caracterización mineralógica sobre el primero.

El arsénico es un elemento de alto riesgo ambiental, y requiere precauciones especiales en las operaciones de fundición. Uno de los pocos usos del arsénico es como preservador de madera, la producción excedente de arsénico (As₂O₃) debe ser confinada en bloques de permafrost, por el contrario, un concentrado de pirita-oro podría ser comercializado y tratado. Figura 9 muestra el diagrama de pruebas de separación, y Tabla 6 resume algunos resultados de separación usando permanganato (Pbas. 7 y 8) y peróxido de hidrógeno (Pbas. 9 y 10) como oxidantes, El peróxido de hidrógeno a pH de 6.0 mostró ser una opción de separación bastante más estable y controlable que usando permanganato (KMnO₄).

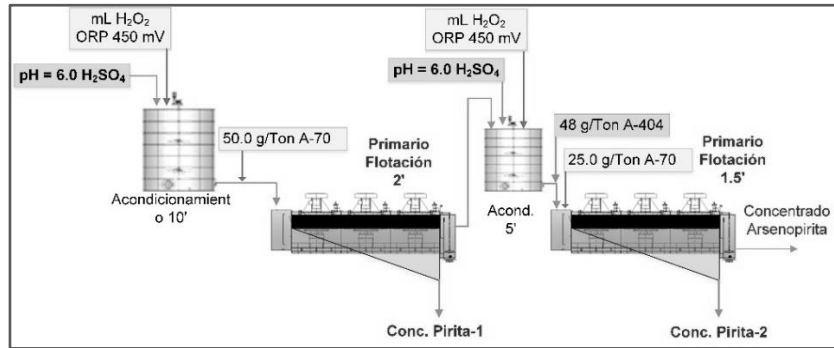


Figura 9.- Diagrama de flujo de separación pirita-arsenopirita usando como oxidante peróxido de hidrógeno a pH de 6.0.

Tabla 6.- Resultados de las pruebas de separación, usando permanganato de potasio y peróxido de hidrógeno.

Prueba-7: 150 gramos, oxidante KMNO ₄ , pH =5.5.									
MUESTRAS	PESO %	Ensayes g/Ton		Ensayes %		Distribución %			
		Au	Ag	Fe	As	Au	Ag	Fe	As
Cabeza	100.0	2.94	109.2						
Pba-7 Conc.1 (FeS ₂ -Au)	5.1	8.83	145.7	25.18	4.08	4.4	13.9	4.1	4.0
Pba-7 Conc.2 (FeS ₂ -Au)	6.1	8.35	125.2	23.48	4.37	5.0	14.2	4.5	5.1
Pba-7 Conc FeS ₂	11.2	8.57	134.5	24.25	4.24	9.4	28.1	8.6	9.1
Pba-7 Cola (AsFeS)	88.8	10.4	60.0	32.41	5.31	90.6	71.9	91.4	90.9
Total	100.0	10.2	68.3	31.5	5.19	100.0	100.0	100.0	100.0

Prueba-10: 150 gramos, oxidante H ₂ O ₂ (6 mL al 50%), pH = 6.0									
MUESTRAS	PESO %	Ensayes g/Ton		Ensayes %		Distribución %			
		Au	Ag	Fe	As	Au	Ag	Fe	As
Cabeza	100.0	2.90	109.2						
Pba-8 Conc.1 (FeS ₂ -Au)	69.8	6.9	75.0	34.9	1.0	47.5	75.5	72.6	12.0
Pba-8 Conc.2 (FeS ₂ -Au)	11.4	9.2	65.0	33.1	5.2	10.3	7.7	11.3	10.8
Pba-7 Conc FeS ₂	81.2	7.20	73.6	34.63	1.55	57.8	83.2	83.9	22.8
Pba-8 Cola (AsFeS)	18.8	22.7	33.0	28.8	22.8	42.2	16.8	16.1	77.2
Total	100.0	10.1	66.0	33.5	6.2	100.0	100.0	100.0	100.0

La asociación sulfuro-oro fue corroborada mediante una caracterización mineralógica indirecta denominada "oro invisible" (Yang y Blum et al., 1998; Aragón y Garfías, 2006; Benzaazoua y Marion et al., 2007; Ojeda, 2013; Aragón, 2017).

El llamado "oro invisible" asociado a pirita, puede estar asociado a cristales de pirita en tres formas diferentes: (a) Micro a nano inclusiones de oro metálico finamente diseminado dentro de pirita, (b) Oro químicamente combinado a la estructura cristalina de la Pirita, es decir, en solución sólida, y (c) Micro

inclusiones de Arsenopirita aurífera, localizadas a lo largo de fracturas y en el interior de zonas ricas en arsénico dentro de Piritas.

En estos casos y especialmente en el último, el “oro invisible” sólo puede caracterizarse a través de técnicas como la Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) de manera indirecta, las zonaciones internas que aparecen en los cristales de pirita están asociadas a la presencia de oro; y en este caso, la ocurrencia del “oro invisible” está íntimamente asociada a la distribución de arsénico en la pirita, por lo cual la zonación se hace presente (Yang y Blum *et al.*, 1998; Chouinard y Paquette *et al.*, 2005; Aragón, 2021). Con base en experiencias previas sobre materiales similares, se realizó un estudio MEB-EDS sobre una porción del concentrado colectivo, sobresaliendo: (a) no hay presencia de partículas de oro nativo o electrum, (b) se encontraron características texturales especiales en las partículas de pirita, detectándose zonaciones internas, asociadas a pirita de tipo aurífero, y (c) los análisis químicos de algunos puntos en zonas claras y oscuras de partículas de pirita, ver Figura 10, es decir, zonas enriquecidas y empobrecidas en arsénico respectivamente, al ser graficados el comportamiento As-S es lineal, véase Figura 11, lo que constata la naturaleza aurífera de estas piritas con características texturales peculiares (Aragón y Garfías, 2006; Aragón, 2011; Aragón, 2017; Aragón, 2021).

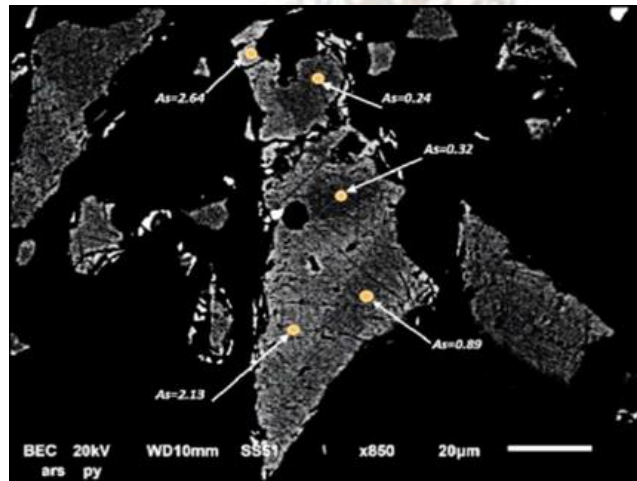


Figura 10.- Vista detallada de partícula de pirita presentando zonación, diferentes porcentajes de arsénico (Aragón, 2021).

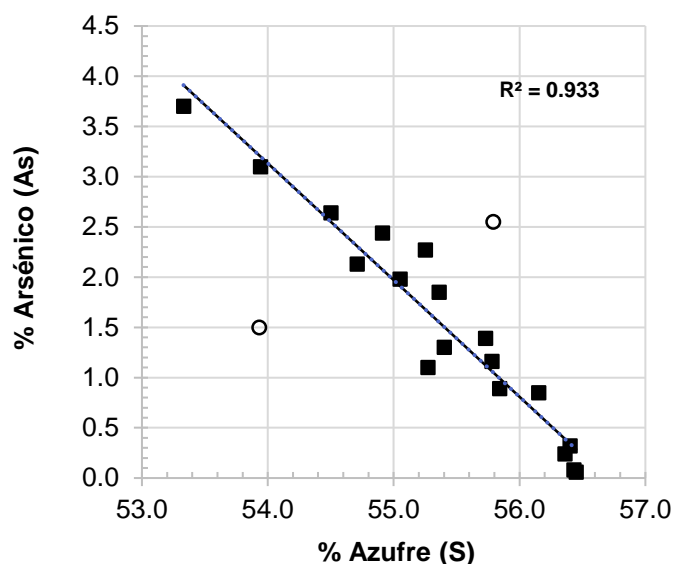


Figura 11.- Comportamiento lineal de la relación As-S en partículas de pirita que muestran zonación interna, lo que indica la naturaleza aurífera de la pirita arsenical, en donde este “oro invisible” está presente y asociado químicamente a las partículas de pirita (Aragón, 2021).

CONCLUSIONES

Esta investigación tuvo como objetivo definir un proceso de concentración-extracción de los metales base-preciosos a partir del retratamiento de los residuos de pirita-arsenopirita de Noche Buena, Zacatecas, teniéndose como conclusiones las siguientes.

1. Los resultados obtenidos en pruebas preliminares abiertas, con tiempos de remolienda de 8, 12 y 16 minutos mostraron concentrados de grado y recuperaciones de oro bajas, los mejores resultados en grado y recuperación correspondieron a la remolienda de 16 minutos, con 10 g Au/Ton y 41.7%, respectivamente. Haciendo ajustes: mayor tiempo de remolienda (20, 24 y 30 minutos); tres etapas de limpia y recirculación de concentrado agotativo y medios de limpias a cabeza de flotación, se maximiza grado y recuperación de oro, estos resultados son resumidos en tabla siguiente, Tabla 7.

Tabla 7.- Resultados de grado y recuperación del concentrado colectivo con 24 y 30 minutos de remolienda, tres limpias, y recirculación de productos a primario de flotación colectiva (Sharp, 2014).

PRODUCTO	Peso %	LEY (g/Ton)	% Distribución	
		Au	Au	Ag
Alimentación	100.0	2.72	100.0	100.0
Concentrado Final (24'), 3' Primario	14.9	10.16	60.8	24.3
Concentrado Final (30'), 4' Primario	17.4	11.55	68.0	47.0

2. Las pruebas de separación pirita-arsenopirita se realizaron sobre un compósito de los concentrados obtenidos de pruebas cíclicas con tiempos de remolienda de 16 minutos. El ORP de pruebas se controló a +450 mV adicionando oxidantes como permanganato de potasio (KMnO_4) y peróxido de hidrógeno (H_2O_2), este último resulta ser bastante controlable a un pH de 6.0. La cola o concentrado de arsenopirita contiene el 77.2% del arsénico, mientras que el concentrado de pirita tiene el 22.8%. Lo anterior resulta conveniente ya que el concentrado de pirita tiene una ley 7.20 g Au/Ton que podría ser aceptable para un fundidor de casa, con una recuperación de 57.8% Au en este concentrado. Es importante mencionar que los resultados de separación obtenidos pueden ser mejorados al incrementar liberación (remolienda 24 o 30 minutos). Por otro lado, la separación permitió determinar que el oro se asocia a la pirita, por lo que el concentrado final podría llegar tener un grado máximo de 15 g Au/Ton.
3. Las pruebas de cianuración sobre porciones de muestra sin y remoliendo (16 min), bajo condiciones de 42% de sólidos, 0.30% de concentración de cianuro, 9 kg Cal/Ton y tiempos de 48 horas, observaron mínimas extracciones del oro contenido: 0.66% sin moler muestra ($K_{80} = 160 \mu\text{m}$) y 5.0% remoliendo muestra por dieciséis minutos ($K_{80} = 60 \mu\text{m}$), la recuperación de plata, equivalente a 0.27 g Au/Ton, alcanzó una recuperación de 70% remoliendo. Esta baja extracción de oro implica que la asociación oro-sulfuro es del tipo invisible, por lo que, definitivamente, es necesario concentrar los minerales huéspedes pirita-arsenopirita y su separación.
4. Las recuperaciones de lixiviación con cianuro de concentrado colectivo pirita-arsenopirita-oro sin y con remolienda ultrafina ($15 \mu\text{m}$) son también bajas, 1.73 y 11.15 %, respectivamente; lo que puede deberse al tamaño de las partículas de oro incluidas en el sulfuro huésped. El análisis mineralógico realizado al concentrado mostró que el oro se encuentra dentro de partículas de pirita arsenical, y de acuerdo con el microanálisis EDS el oro se encuentra como "oro invisible", presente en cristales de pirita en forma de micro o nano inclusiones o en solución sólida.
5. La alternativa propuesta lo es una flotación selectiva plomo-zinc, seguida de la flotación colectiva de un concentrado pirita-arsenopirita-oro ($\text{FeS}_2\text{-AsFeS-Au}$). Este último se propone sea separado utilizando la alternativa de flotación-oxidación con H_2O_2 a pH de 6.0, finalmente el oro podrá ser recuperado del concentrado $\text{FeS}_2\text{-Au}$ a través de un proceso POX o bien tostación, un diagrama general del proceso es mostrado en Figura 12 (*Subramanian y Connelly et al., 2005; Zaizheng y Yimin et al., 2019; Ruizing y Jialei et al., 2020*).

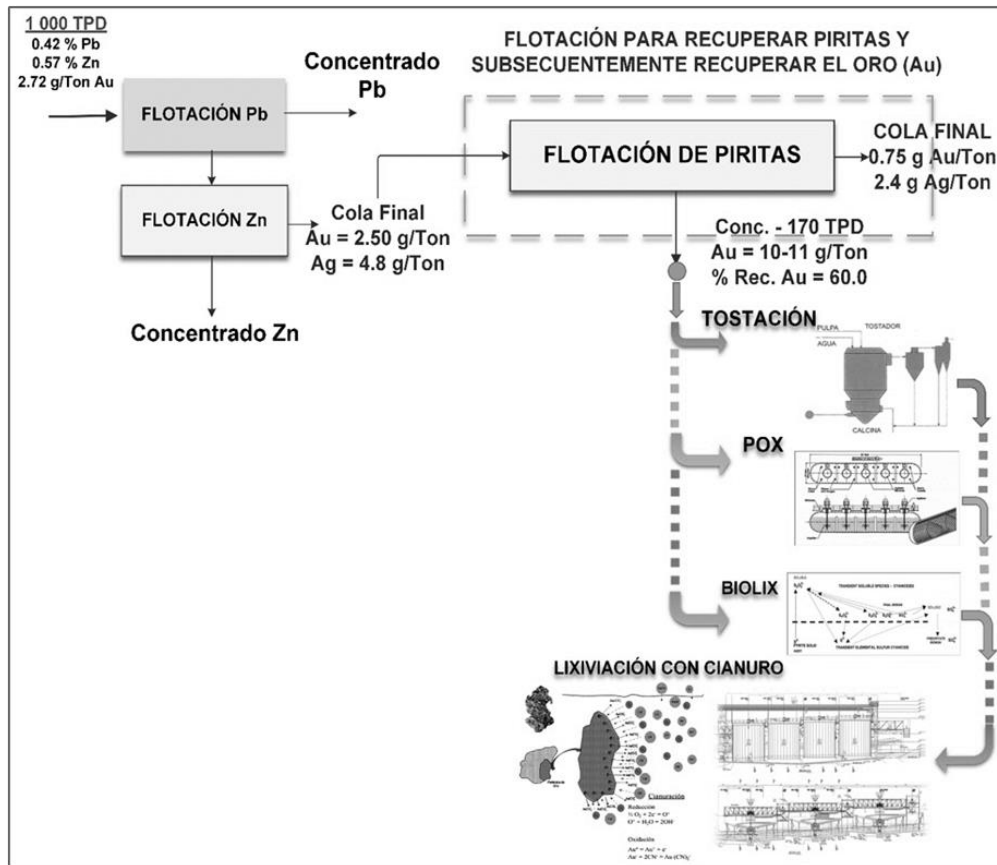


Figura 12.- Esquema de tratamiento para los residuos de oro Noche Buena.

BIBLIOGRAFÍA

- Adams, A. D. (2016). Overview of the Gold Mining Industry and Major Gold Deposits. Gold Ore Processing, Project Development and Operations. M. Adams, Elsevier: 25-30.
- Aragón, A. (2011). Técnicas de Caracterización Aplicadas a la Optimización del Beneficio de Minerales. D. d. Mineralurgia. Instituto de Metalurgia de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Universidad de Guanajuato.
- Aragón, A. P. (2017). Determinación del Estado Mineralógico del Oro en Mineral de Concentrado de Hierro de la Unidad Peñasquito. San Luis Potosí, Instituto de Metalurgia de la U.A.S.L.P.: pág: 1-11.
- Aragón, A. P. (2021). DETERMINACIÓN DEL ESTADO MINERALÓGICO DEL ORO EN CONCENTRADO DE PIRITA-ARSENOPIRITA DE LOS JALES DE NOCHE BUENA, TAURO CP. San Luis Potosí, SLP, Instituto de Metalurgia de la UASLP: pág:1-25.
- Aragón, A. P. y A. B. Garfías (2006). Caracterización de Especies de Oro y Plata en Muestra de Jales por Microscopía Electrónica de Barrido. San Luis Potosí, Instituto de Metalurgia de la U.A.S.L.P.: 1-14.
- Benzaazoua, M., P. Marion, F. Robaut y A. Pinto (2007). "Gold-Bearing arsenopyrite and pyrite in refractory ores: analytical refinements and new understanding of gold mineralogy." Mineralogical Magazine Volume 71(2)(2): pág.: 123-142.
- Clesceri, L. S., A. E. Greenberg y R. R. Trussell (1989). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.

- Contreras, D. (1967). Experimentación de Minerales de Oro y Plata por el Proceso de Cianuración. México, D.F., Comisión de Fomento Minero.
- Crozier, R. D. (1992). Flotation, Theory, Reagents and Ore testing. Oxford, England, Pergamon Press.
- Chanturiya, V. A., A. A. Federov, T. N. Matveyeva, T. V. Nedosekina y T. A. Ivanova (2003). Proceedings of the 22nd International Mineral Processing Congress (IMPC). Theoretical Aspects of Gold-Bearing Sulfides Selective Flotation, Cape Town, South Africa.
- Chouinard, A., J. Paquette y A. E. Williams-Jones (2005). "CRYSTALLOGRAPHIC CONTROLS ON TRACE-ELEMENT INCORPORATION IN AURIFEROUS PYRITE FROM THE PASCUA EPITHERMAL HIGH-SULFIDATION DEPOSIT, CHILE-ARGENTINA." The Canadian Mineralogists Volume 43, pág.: 951-963.
- Dong, Z., Y. Zhu, Y. Han, P. Gao, X. Gu y Y. Sun (2019). "Chemical oxidation of arsenopyrite using a novel oxidant—Chlorine dioxide." Minerals Engineering 139, pág.: 1-10.
- E B Suárez-Chávez, E Elorza-Rodríguez, F Nava-Alonso y V. García-Torres (2007). XXVII CONVENCION INTERNACIONAL DE MINERIA, Veracruz, Ver. Concentración y Extracción de los Valores de Oro-Plata Contenidos en unos Jales de Matriz Pirítica-Arsenopirítica, Veracruz, Asociación de Ingenieros de Minas, Metalurgistas y Geólogos de México, A. C.
- Elorza, E. (2020). Concentración Gravimétrica. Notas en la Contingencia. U. d. Guanajuato. Guanajuato, pág.:1-44.
- Forson, P., M. Zanin, W. Skinner y R. Asamoah (2021). "Differential flotation of pyrite and arsenopyrite: Effect of hydrogen peroxide and collector type." Minerals Engineering (163), pág.: 1-11.
- García-Torres, V., M. M. Salazar-Hernández y E. Elorza-Rodríguez (2013). Memorias del XXI Congreso Internacional de Metalurgia Extractiva. DESARROLLO DEL PROCESO DE TRATAMIENTO PARA UNA MENA DE ALTA LEY DE ORO México, D. F., Universidad Autónoma Metropolitana.
- Grammatikopoulos, T. y S. Downing (2019). An Investigation into, MINERALOGY OF A COMPOSITE SAMPLE, TAURO CABEZA, MEXICO Lakefield, Ontario, Canada, SGS México, pág.: 1-59.
- Grewal, I., M. V. Kleek y S. MacAlister (2014). Gravity recovery of gold from within grinding circuits. Canada, pág.:1-8.
- Haffy, J., L. B. Riley y W. D. Goss (1965). A Manual on Fire Assaying a Determination of the Noble Metals in Geological Materials. USA, Bureau of Mines, pág.: 2-41.
- Iglesias, N., I. Palencia y F. Carranza (1992). "Eliminación de la Refractariedad de una Mena de Oro en Matriz de Arsenopirita Mediante Sulfato Férrico." Revista Metalúrgica 28(4), pág.: 251-257.
- INEGI (2021). Producción minerometalúrgica. INEGI, Secretaria-Economía.
- Islas, C. A. y E. Elorza (2018). Relevancia de Factores de Flotación en la Recuperación de los Metales Preciosos Contenidos en los Jales del Monte de San Nicolás, Gto., bajo un Diseño de Cuadro Latino U. d. Guanajuato. Guanajuato, Verano de Investigación Delfín, pág.:1-28.
- Macrotrends (2021). "Gold Prices- Last 10 years." Retrieved 26 Marzo, 2021.
- McClelland, G. E. (1988). Testing of Ore. Introduction to Evaluation, Design and Operation of Previous Metal Heap Leaching Projects. I. P. G. H. y. J. E. K. Dirk J. A. van Zyl. Littleton, Denver, Colorado, Society of Mining Engineers, Inc., Littleton, Colorado: pág.: 61-67.
- Muir, A., J. Mitchell, S. Flatman y C. Sabbagha (2016). Retreatment of Gold Residues. Gold Ore Processing, Project Development and Operations. M. D. Adams, Elsevier: pág.: 709-728.
- Ojeda, M. C. (2013). Estudio de caracterización mineralógica de muestra procedente de una unidad minera. San Luis Potosí, Instituto de Metalurgia de la UASLP, pág.: 1-10.
- Pérez-Lozano, A. P. (2021). Extracción de Au-Ag de un Concentrado de Pirita-Arsenopirita, Unidad Noche Buena, Zac. Departamento de Ingeniería en Minas, Metalurgia y Geología. Guanajuato, Universidad de Guanajuato. Licenciatura, pág.: 1-120.

- Pérez-Lozano, F. d. J. (2015). Tratamiento de una mena refractaria de oro-plata asociada a carbón. Departamento de Ingeniería en Minas, Metalurgia y Geología. Guanajuato, Gto., Universidad de Guanajuato. Ingeniero Metalúrgico, pág.:106.
- Pérez-Pérez, P. F., J. E. García-Dobarganes, M. G. Caudillo y E. Elorza (2017). ESTUDIO MINERO METALÚRGICO PARA DETERMINAR LA VIABILIDAD TÉCNICA DE BENEFICIO DE LOS DEPÓSITOS DE JALES MINERALES, Ubicados en la Comunidad del Monte de San Nicolás del municipio de Guanajuato, Gto. Guanajuato, Departamento de Ingeniería en Minas, Metalurgia y Geología: pág.:1-64.
- Pérez, F. J. (2015). TRATAMIENTO DE UNA MENA REFRACTARIA DE ORO-PLATA ASOCIADA A CARBÓN. Departamento de Ingeniería en Minas, Metalurgia y Geología. Guanajuato, Universidad de Guanajuato. Licenciatura: pág.: 1-104.
- Prieto, M. J. D. (2013). Cinética de Flotación de la Mena de Palmarejo y su Aplicación Industrial. Departamento de Ingeniería en Minas, Metalurgia y geología. Guanajuato, Universidad de Guanajuato. Licenciatura: pág.: 1-151.
- Ruizing, L., L. Jialei, W. Yunwei y L. Dianwen (2020). "Flotation separation of pyrite from arsenopyrite using sodium carbonate and sodium humate as depressants." *Coloides and Surfaces A*, pág.: 1-5.
- Sharp, A. (2014). Libro Cálculo de Producción-Reconciliación Concentrados Pb, Zn y Pirita-Au (Excel). Velardeña, Durango, Minera William, Labrí, pág.: 1-32.
- Suárez, E. B. (2006). Recuperación del Au-Ag de unos Jales con Matriz Pirítica y Arsenopirita. Departamento de Ingeniería en Minas, Metalurgia y Geología. Guanajuato, Universidad de Guanajuato. Licenciatura, pág.: 1-100.
- Subramanian, K. N., D. E. Connelly y K. Y. Wong (2005). "Separation of Pyrite and Arsenopyrite in a Gold Sulfide Concentrate." *Centenary of Flotation Symposium*, pág.: 1-8.
- Xiaopeng, N., C. Jianhua, L. Yugiong, X. Liuyin, S. Heyun y R. Renman (2019). "Correlation of surface oxidation with xanthate adsorption and pyrite flotation." *Applied Surface Science*, pág.: 495.
- Yang, S., N. Blum, E. Rahders y Z. Zhenru (1998). "The nature of invisible gold in sulfides from Xiangxi Au-Sb-W ore deposit in northwestern Hunan, People's Republic China." *The Canadian Mineralogist* 36(5), pág.: 1361-1372.
- Zaizheng, D., Z. Yimin, H. Yuexin, G. Pen, G. Xiaotian y S. Yongsheng (2019). "Chemical oxidation of arsenopyrite using a novel oxidant-Chlorine dioxide." *Minerals Engineering* (139), pág.: 1-10.

