



Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN

Unidad Saltillo

**“Evaluación del hipoclorito como agente oxidante antes de la
cianuración para la recuperación de metales preciosos en menas
refractarias”**

Tesis que presenta:

Ing. Meritxell Alvarez Martínez

Para obtener el grado de:

Maestro en Ciencias

En la especialidad de:

Ingeniería Metalúrgica

Directores de Tesis:

Dra. Fabiola Constanza Nava Alonso

Dr. Juan Carlos Fuentes Aceituno

Ramos Arizpe, Coahuila.

Agosto 2023

Agradecimientos

Quiero empezar principalmente con el CONAHCYT por la beca otorgado a lo largo de estos 2 años de maestría, la cual me permitió realizar mis estudios en todo este período. De igual forma agradezco al CINVESTAV por las enseñanzas que me otorgó en este tiempo además de las facilidades que ofreció para la realización de esta investigación.

Otro agradecimiento muy especial es a mis directores de tesis la Dra. Fabiola Constanza Nava Alonso y el Dr. Juan Carlos Fuentes Aceituno. Agradezco enormemente la paciencia a lo largo de este período, los consejos dados, así como su tiempo y enseñanzas ofrecidas para la realización de este trabajo. De igual forma agradezco profundamente a la Dra. Fabiola Constanza Nava Alonso, por todo el apoyo que me dio dentro y fuera del proyecto y hacer sentir que el laboratorio era mi segundo hogar, ¡Muchas gracias!

A mis revisores de tesis, Dr. Alejandro Uribes Salas, por los comentarios otorgados en las presentaciones, de los cuales apoyo para mejorar/enriquecer mi trabajo de investigación, además del valioso tiempo proporcionado y a la Dra. Paula Cristina Santos Munguía por la revisión del manuscrito.

También quiero agradecer a los encargados de los laboratorios de caracterización, principalmente a la Mtra. Martha Elena Rivas Aguilar encargada del MEB por el tiempo otorgado para la caracterización de mis muestras además de las enseñanzas cada vez que iba a caracterizar y a la Mtra. María del Socorro García Guillermo por apoyarme de igual forma cuando lo necesitaba. Son personas muy bien capacitadas para desempeñar sus funciones. De igual forma, estoy muy agradecida con la Lic. María Paula Martínez Garcia, por todo el apoyo administrativo proporcionado a lo largo de mi trayecto en la maestría al igual que con la Lic. Maria Guadalupe Rocamontes Reyna.

Otro agradecimiento igual es para mi Familia, porque a pesar de no estar cerca de ellos siempre me apoyan a la distancia y están al tanto de lo que hago. Gracias por el amor y la confianza en mí persona además de permitirme estudiar una maestría, por su confianza he podido ser quien soy ahora.

Finalmente quiero agradecer a los amigos que hice en la maestría, gracias a ustedes pude pasar un rato alegre en clases, además de irme a distraer a sus laboratorios para charlar un rato. Gracias a Irma y Emilio, que además de ser compañeros de maestría también son mis roomies y por todo el tiempo compartido se convirtieron en mi segunda familia; agradezco todo el tiempo que pasamos y los buenos consejos que me dieron además también del apoyo y paciencia otorgado.

Igual muchas gracias a Emilio Rey por soportarme todo el tiempo, no suficiente con tenerme en la casa también me tenías que soportar en tu laboratorio, te agradezco el tiempo que me has dado y la amistad sincera que me has ofrecido.

GRACIAS A TODOS por estar en mi camino y apoyarme a alcanzar esta gran meta, no hubiera logrado esto sin el apoyo de todos.

ÍNDICE

1	INTRODUCCIÓN	1
2	OBJETIVOS.....	3
2.1	Objetivo General.....	3
2.2	Objetivos Particulares:.....	3
3	ANTECEDENTES.....	4
3.1	Metales preciosos	4
3.2	Lixiviación con cianuro para la recuperación del Au y Ag.....	5
3.3	Minerales refractarios	6
3.3.1	Telururos	7
3.4	Extracción de oro y plata a partir de minerales refractarios a la cianuración.....	9
3.4.1	Uso del hipoclorito de sodio como un agente oxidante para el tratamiento de menas refractarias.....	10
4	JUSTIFICACIÓN.....	13
4.1	Hipótesis.....	14
5	METODOLOGÍA	15
5.1	Materiales, equipo y reactivos	15
5.2	Metodología experimental.....	17
5.2.1	Caracterización de los minerales industriales	19
5.2.2	Cianuración de minerales industriales refractarios	20
5.2.3	Descomposición oxidativa con NaClO de los minerales refractarios industriales...22	
5.2.4	Lavado al mineral después de la descomposición oxidativa con NaClO.....	23
5.2.5	Cianuración después de la descomposición oxidativa con NaClO del Mineral 1....	24
6	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	25

6.1	Caracterización de los minerales industriales.....	25
6.1.1	Composición química.....	25
6.1.2	Difracción de rayos X	26
6.1.3	Microscopía Electrónica de Barrido.....	27
6.2	Cianuración convencional	29
6.3	Descomposición oxidativa antes de la cianuración	32
6.4	Cianuración posterior al pretratamiento oxidativo del Mineral industrial 1	60
7	CONCLUSIONES	68
7.1	Cianuración convencional a minerales industriales.....	68
7.2	Descomposición oxidativa antes de la cianuración a los minerales industriales.....	69
7.3	Cianuración posterior después del pretratamiento en los minerales.....	70
8	BIBLIOGRAFÍA.....	71

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Recuperación de oro y plata en minerales refractarios (Moreno-Ramos, 2018).	10
Figura 2. Diagrama de distribución de especies de cloro a 25°C en agua. (Concentración de cloro 10 – 3M) (Marsden & House, 2006).....	11
Figura 3. Minerales industriales de interés.	16
Figura 4. Esquema de la metodología experimental.	19
Figura 5. Arreglo experimental para lixiviaciones de minerales industriales.	21
Figura 6. Esquema del arreglo experimental para la descomposición oxidativa.	22
Figura 7. Proceso de lavado del mineral.	23
Figura 8. Patrón de DRX al Mineral 1 fresco.	26
Figura 9. Patrón de DRX al Mineral 2 fresco.	27
Figura 10. Micrografía y análisis puntual de una partícula de telururo de oro en Mineral 1 (fresco).	28
Figura 11. Micrografía y análisis puntual de partícula interés en Mineral 2 (fresco).	29
Figura 12. Disolución de oro, plata y telurio para las cianuraciones alcalinas (pH-11) a 400 ppm CN ⁻ , 50 g de mineral en 500 mL de solución, 350 rpm, 25°C y solución abierta a la atmósfera. A) Mineral 1 y B) Mineral 2.....	30
Figura 13. Comparación entre las disoluciones de oro, plata y telurio para diferentes concentraciones de CN ⁻ en el Mineral 1, 50 g de mineral en 500 mL de solución, 350 rpm, 25°C, pH-11 y solución abierta a la atmósfera. A) 400 ppm CN ⁻ y B) 1500 ppm CN ⁻	31
Figura 14. Incremento en la disolución de oro para las diferentes concentraciones de CN ⁻	31
Figura 15. Disolución de Au, Ag, Te a diferentes concentraciones del oxidante en el Mineral 1, a) 2400 ppm ClO ⁻ , b) 4800 ppm ClO ⁻ , c)7200 ppm ClO ⁻ 50 g de mineral en 500 mL de solución, 350 rpm, 25°C, pH-1 (HNO ₃) y solución abierta a la atmósfera.	33
Figura 16. Patrones de DRX en el Mineral 1(A) Fresco, (B) residuo del pretratamiento 2400 ppm ClO ⁻ , (C) residuo del pretratamiento 4800 ppm ClO ⁻ , (D) residuo del pretratamiento 7200 ppm ClO ⁻	35
Figura 17. Micrografía y análisis puntual de una partícula oro de los residuos de la descomposición oxidativa en Mineral 1 (2400 ppm ClO ⁻ , 25°C, 350 rpm, pH-1) correspondiente a la prueba de la Figura 15A.....	36

Figura 18. Mapa EDS de distribución de los elementos correspondiente a la Figura 17.	37
Figura 19. Micrografía y análisis puntual de partícula de Au con poca presencia de Ag de los residuos de la descomposición oxidativa del Mineral 1 (2400 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1) correspondiente a la prueba de la Figura 16A.	38
Figura 20. Mapa EDS de distribución de los elementos correspondiente a la Figura 19.	38
Figura 21. Micrografía y análisis puntual de una partícula de los residuos del Mineral 1 (2400 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1) a diferentes voltajes, A) 20 kV, B)10 kV, C)5kV, correspondiente a la prueba de la Figura 15A.	40
Figura 22. Micrografía y análisis puntual de partículas de interés de los residuos de la descomposición oxidativa del Mineral 1 (4800 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) Sin reaccionar, B) Partícula descompuesta correspondiente a la prueba de la Figura 16B.	42
Figura 23. Micrografía y análisis puntual a diferentes voltajes de una partícula de interés de los residuos de la descomposición oxidativa del Mineral 1 (4800 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) 20 kV, B)10 kV, C) 5kV correspondiente a la prueba de la Figura 15B.	43
Figura 24. Micrografías y análisis puntuales de partículas de interés de los residuos finales de la descomposición oxidativa del Mineral 1 (7200 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) Oro, B) Telururo de oro, correspondiente a la prueba de la Figura 16C.	44
Figura 25. Micrografía y análisis puntual de la partícula de telururo de oro del residuo final de la descomposición oxidativa del Mineral 1 (7200 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) 20 kV, B)10 kV, correspondiente a la prueba de la Figura 15C.	45
Figura 26. Disolución de Au, Ag, Te a diferentes concentraciones del oxidante en el Mineral 2, a) 2400 ppm ClO^- , b) 4800 ppm ClO^- , c)7200 ppm ClO^- , 50 g de mineral en 500 mL de solución, 350 rpm, 25°C, pH-1 (HNO_3) y solución abierta a la atmósfera.	47
Figura 27. Comportamiento del ORP en las diferentes concentraciones del oxidante aplicado al Mineral 2.	47
Figura 28. Patrones de DRX en el Mineral 2(A) Fresco, (B) residuo del pretratamiento 4800 ppm ClO^- , (C) residuo del pretratamiento 7200 ppm ClO^-	49
Figura 29. Micrografías y análisis puntuales de partículas de interés de los residuos finales la descomposición oxidativa del Mineral 2 (2400 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) Plata, B) Oro, correspondiente a la prueba de la Figura 26A.	50

Figura 30. Micrografía y análisis puntual de partícula de oro del residuo final de la descomposición oxidativa del Mineral 2 a diferentes voltajes (2400 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) 20 kV, B)10 kV, correspondiente a la prueba de la Figura 26A.	51
Figura 31. Micrografías y análisis puntuales de partículas de interés de los residuos finales la descomposición oxidativa del Mineral 2 (4800 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) Plata, B) Telurio, correspondiente a la prueba de la Figura 26B.	52
Figura 32. Mapa EDS de distribución de los elementos de la partícula de los residuos de la Figura 31B.	53
Figura 33. Micrografía y análisis puntual de partícula de Ag de los residuos de la descomposición oxidativa del Mineral 2 (4800 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1) a diferentes voltajes, A) 20 kV, B)10 kV, C) 5kV, correspondiente a la prueba de la Figura 26B.	54
Figura 34. Micrografías y análisis puntuales de partículas de interés de los residuos finales la descomposición oxidativa del Mineral 2 (7200 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) Cloruro de plata, B) Teluro de plata, correspondiente a la prueba de la Figura 26C.....	55
Figura 35. Micrografía y análisis puntuales de partícula de cloruro de plata de los residuos de la descomposición oxidativa del Mineral 2 (7200 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1) a diferentes voltajes, A) 20 kV, B)10 kV, correspondiente a la prueba de la Figura 26C.....	56
Figura 36. Diagrama de distribución de especies de un sistema $\text{Pb-NO}_3\text{-Cl-H}_2\text{O}$	59
Figura 37. Diagrama de distribución de especies de un sistema $\text{Ba-NO}_3\text{-Cl-H}_2\text{O}$	59
Figura 38. Recuperación de metales preciosos en la cianuración posterior al pretratamiento aplicado en el Mineral 1, A) Sin pretratamiento, únicamente 1500 ppm CN^- , B) 2400 ppm ClO^- /1500 ppm CN^- , C) 4800 ppm ClO^- /1500 ppm CN^- , D) 7200 ppm ClO^- /1500 ppm CN^-	61
Figura 39. Comparativa en la disolución del oro en la cianuración sin pretratamiento y con pretratamiento en el Mineral 1.	63
Figura 40. Micrografías de partículas y análisis puntuales de los residuos del Mineral 1 pretratado con 2400 ppm ClO^- y Cianurado 1500 CN^- , A) Teluro de oro reaccionado, B) Teluro de oro sin reaccionar, C) Teluro de plata, correspondiente a la prueba de la Figura 38B.....	64
Figura 41. Mapa EDS de distribución de los elementos de la partícula de los residuos de la Figura 40, A) Teluro de oro reaccionado, B) Teluro de plata.....	65

Figura 42. Micrografías y análisis puntuales de partículas de los residuos del Mineral 1, A) 4800 ppm ClO^- , B) 7200 ppm ClO^- , correspondiente a la prueba de la Figura 38C y D.....66

ÍNDICES DE TABLAS

Tabla 1. Clasificación de minerales refractarios (Asamoah et al., 2014; Martínez-Rodríguez, 2020).....	7
Tabla 2. Especies mineralógicas de minerales telururos (Aguayo et al., 1966; Harris, 1990).....	8
Tabla 3. Peso de las muestras y tamaño de partícula de los minerales utilizados.....	16
Tabla 4. Reactivos químicos utilizados en el desarrollo experimental.	17
Tabla 5. Equipos utilizados para el desarrollo experimental en los minerales.....	17
Tabla 6. Composición química de los minerales.....	25
Tabla 7. Composición química de los residuos líquidos finales de la descomposición oxidativa de los minerales industriales.	58
Tabla 8. Recuperación final de los elementos de interés considerando el porcentaje en la descomposición oxidativa y en la cianuración.....	62

RESUMEN

En años recientes se ha detectado en algunos yacimientos del estado de Sonora la presencia de telururos de oro y plata, especies refractarias a la cianuración, lo que ha causado disminuciones importantes en la eficiencia de recuperación de oro y plata con los procesos tradicionalmente empleados. En los telururos, el elemento de interés (Au y/o Ag) viene ligado químicamente al telurio, como en la calaverita ($AuTe_2$), hessita (Ag_2Te), silvanita ($AgAuTe_4$), petzita (Ag_3AuTe_2), entre otras.

En este trabajo se estudió la descomposición oxidativa con hipoclorito de sodio como pretratamiento antes de la cianuración para dos minerales refractarios del estado de Sonora en los cuales se corroboró la presencia de telurio, además del oro y la plata. La evolución de la reacción durante la descomposición oxidativa se siguió a través de la concentración de telurio en solución, entendiendo que, si el telurio se encuentra disuelto, se ha roto el enlace químico existente entre éste y los metales preciosos, los cuales podrían ser recuperados en una cianuración posterior. El pretratamiento fue realizado con diferentes concentraciones de hipoclorito de sodio (2400, 4800 y 7200 ppm ClO^-) en un ambiente ácido (pH-1 ajustado con ácido nítrico HNO_3), manteniendo constantes la temperatura ($25^\circ C$) y la velocidad de agitación (350 rpm). Después del pretratamiento oxidativo los sólidos remanentes del estudio de uno de los dos minerales fueron lavados, secados y sometidos a una cianuración.

Los resultados mostraron que la disolución de los metales ocurrió rápidamente en la primera media hora, inhibiéndose después, y coincidiendo este tiempo con un descenso importante del potencial redox de la solución (ORP), el cual permanece constante después. La caracterización de los sólidos finales permitió descartar la formación de una capa pasiva, por lo que se sugiere que la inhibición de la reacción tiene que ver con el bajo potencial redox de la solución. Los mejores resultados se obtuvieron para los pretratamientos realizados a 7200 ppm ClO^- . Para las condiciones estudiadas se incrementó la eficiencia de recuperación de oro de un 45.11% obtenido por cianuración a un 60.27% para la cianuración después del pretratamiento. Aun cuando no se tienen todavía recuperaciones mayores al 80%, estos resultados nos permiten considerar esta opción como una

alternativa viable que valdría la pena optimizar para el tratamiento de minerales conteniendo telururos.

ABSTRACT

The presence of gold-silver-tellurium species has been detected in some deposits in Sonora in recent years. These species (tellurides) cause a significant decrease in the efficiency of gold and silver recovery with conventional processes. In tellurides, the gold and/or silver are chemically linked to tellurium, as in calaverite ($AuTe_2$), hessite (Ag_2Te), sylvanite ($AgAuTe_4$), petzite (Ag_3AuTe_2), etc.

The oxidative decomposition with sodium hypochlorite was studied in this work, as a pretreatment before cyanidation, for two refractory ores from Sonora, Mexico, in which, the presence of tellurium was confirmed besides gold and silver. The evolution of the reaction during the oxidative decomposition was followed with the tellurium concentration in solution, understanding that, if the tellurium is dissolved, the chemical bond between tellurium and precious metals has been broken and precious metals could be subsequently recovered by cyanidation. The pretreatment was carried out with three sodium hypochlorite concentrations (2400, 4800 and 7200 ppm OCl^-), in an acid environment (pH = 1 adjusted with nitric acid), keeping constant the temperature and the stirring speed (25°C and 350 rpm). After the oxidative pretreatment, the solids from the oxidation of one of the ores were washed, dried, and submitted to cyanidation.

The results showed that the reaction occurs rapidly within the first half hour, being inhibited afterwards; and this half hour coincides with a significant decrease in the redox potential of the solution (ORP), which remains constant afterwards. The characterization of the final solids confirms the absence of a passive layer, so it is suggested that the inhibition of the reaction is related with the low redox potential of the solution. The best results were obtained for the pretreatment carried out at 7200 ppm ClO^- ; under these conditions, the gold recovery increased from 45.11% to 60.27% for cyanidation after pretreatment. Even though the recoveries are not greater than 80%, these results allow us to consider this pretreatment as a viable alternative that would be worth optimizing for the treatment of gold ores containing tellurides.

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

Uno de los problemas más importantes que se han presentado en la industria de la extracción de los metales preciosos es el agotamiento de las reservas de minerales fácilmente procesables, las cuales son aquellas de las que pueden ser extraídos apropiadamente los metales preciosos con el proceso de cianuración. Cabe resaltar que los depósitos minerales de los cuales se extraen estos metales preciosos se conocen como yacimientos.

Como resultado de la disminución de estas reservas, la industria minera enfrenta retos importantes debido a que el mineral disponible es cada vez más difícil de procesar, conociéndose estos minerales de difícil recuperación como minerales refractarios. Una mena es catalogada como refractaria cuando presenta una baja recuperación al momento de ser lixiviada con cianuro.

La explotación de los minerales refractarios ha ido en aumento debido a la menor disponibilidad de las reservas de recuperación sencilla. Los minerales refractarios se clasifican generalmente en carbonáceos, sulfurados y telururos, siendo los minerales sulfurados los más comunes de encontrar (Saba *et al.*, 2011).

El procesamiento de los minerales refractarios requiere métodos más sofisticados para la recuperación de los metales nobles, entre los cuales se puede mencionar a la molienda ultrafina, la biooxidación, la tostación, la oxidación a presión (Motta *et al.*, 2021), y el uso de otros oxidantes en soluciones acuosas a presión ambiental.

En los últimos años se ha reportado la presencia de yacimientos de metales preciosos ligados al telurio en Australia, Canadá y en México, específicamente en el estado de Sonora. Se tienen reportes de operaciones mineras en Sonora donde la recuperación de oro ha bajado

hasta el 60%, y se ha relacionado esta disminución de recuperación a la presencia del telurio en estos minerales (Pérez-Segura, 2015).

En este proyecto de investigación se trabajó con dos minerales refractarios provenientes del estado de Sonora, en los cuales se corroboró la presencia de telurio. Se evaluó la disolución de oro y plata con el método tradicional de lixiviación con cianuro para evaluar su refractariedad, y se realizó un pretratamiento oxidativo con hipoclorito de sodio-ácido nítrico ($NaClO - HNO_3$) antes de someter el mineral nuevamente a la cianuración.

Un aspecto adicional a considerar en el tratamiento de los telururos de oro y plata es el interés creciente que el telurio ha adquirido en los últimos años. La demanda de este elemento incrementa debido a que éste es usado para la fabricación de celdas solares de película ultradelgada de telururo de cadmio, las cuales son las celdas más eficientes actualmente (Martínez-Rodríguez, 2020).

CAPÍTULO II

OBJETIVOS

2.1 Objetivo General

Disminuir la refractariedad de minerales de oro y plata conteniendo telurio por medio de una oxidación con hipoclorito de sodio en un medio de ácido nítrico. Evaluar el efecto de este pretratamiento en la recuperación de oro, plata y telurio mediante el proceso de cianuración.

2.2 Objetivos Particulares:

- Caracterizar los minerales refractarios seleccionados, identificando las especies minerales presentes que obstaculizan la extracción de metales preciosos por el método de cianuración convencional.
- Evaluar la oxidación con hipoclorito de sodio en los minerales seleccionados para encontrar las condiciones óptimas de concentración de hipoclorito de sodio y de tiempo que nos permitan romper el enlace existente entre los metales preciosos y el telurio, y obtener una mayor recuperación de telurio.
- Caracterizar los residuos de los pretratamientos oxidativos con el objeto de entender mejor los fenómenos que permiten incrementar la recuperación de oro, plata y telurio. Se utilizarán las técnicas de difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB) y análisis químico (Absorción atómica/ICP).
- Comparar los resultados de la cianuración convencional realizada al mineral fresco (tal como fue recibido) con los obtenidos en la cianuración después del pretratamiento con hipoclorito de sodio. Se analizará la concentración de oro, plata y telurio en solución, para calcular las recuperaciones.

CAPÍTULO III

ANTECEDENTES

3.1 Metales preciosos

Los metales preciosos son aquellos elementos metálicos que son químicamente inertes, tienen mayor brillo y ductilidad que otros elementos, son escasos en la naturaleza y poseen un alto valor económico. Poseen mayor brillo y ductilidad que otros elementos, entre los cuales se puede mencionar al oro y a la plata.

Estos elementos se encuentran en la naturaleza principalmente en forma elemental, aunque también pueden ser encontrados, en menor proporción, formando una aleación (oro-plata: “electrum”), o como compuesto químico con otros elementos, como en el caso de los telururos. Cuando un metal está en su forma elemental (Au^0 y/o Ag^0) significa que este no está formando algún compuesto químico con ningún otro elemento.

Desde la antigüedad los metales preciosos han sido usados como divisas y actualmente son utilizados como medio de garantizar las reservas monetarias de los países. También se usan en joyería, o en diferentes procesos industriales, por ejemplo, los catalizadores en diversas industrias de las cuales se pueden mencionar: procesos químicos, industria eléctrica y electrónica (Das, 2010; Ramesh *et al.*, 2008).

A lo largo de los años se han aplicado diferentes formas de extracción/recuperación de los metales preciosos, siendo la lixiviación con cianuro el método más utilizado (Saba *et al.*, 2011). Este proceso consiste en lixiviar el metal precioso contenido en los minerales mediante una solución de cianuro la cual es alcalina; posteriormente el metal precioso se recupera mediante una cementación con polvo de zinc (Gasparrini, 1984) o mediante adsorción en carbón activado. A pesar de su toxicidad, este método ha sido el más utilizado

debido a que es relativamente barato, presenta gran efectividad para la disolución del oro y plata y es selectivo para los metales preciosos sobre otros metales (Marsden & House, 2006). A diferencia del oro, la recuperación de la plata por la técnica de lixiviación con cianuro ha sido un poco menos estudiada; los minerales de plata presentan lixivitaciones más lentas y menores extracciones, lo que provoca que se requiera una mayor concentración de cianuro y un mayor tiempo de retención para maximizar su extracción (Deschênes *et al.*, 2011). Por ello, se ha utilizado el nitrato de plomo ($Pb(NO_3)_2$) como un aditivo con el fin de mejorar la eficiencia y recuperación de la plata en el proceso de cianuración.

Debido a la creciente demanda de los metales preciosos y a la menor disponibilidad de estos metales, se tiene un gran interés por la recuperación de éstos a partir no solamente de menas sino de materiales de desecho (residuos electrónicos, etc.) (Ramesh *et al.*, 2008).

Los minerales auríferos para la extracción del oro están clasificados de la siguiente manera (Yannopoulos, 1991):

- Oro nativo
- Oro asociado con sulfuros
- Telururos
- Oro ocluido en otros minerales

3.2 Lixiviación con cianuro para la recuperación del Au y Ag

A lo largo de los años han existido diferentes métodos para la recuperación del oro y la plata; estos pueden ser extraídos por procesos hidrometalúrgicos o pirometalúrgicos. Los procesos pirometalúrgicos generan contaminación, por lo cual es necesario un estricto control durante su operación; además de que pueden tenerse costos excesivos al tratar minerales de baja ley, lo que no justifica el costo por operación. Se han utilizado procesos pirometalúrgicos para la reducción de las características refractarias de los depósitos (Parga & Carrillo, 1996; Tiburcio-Munive *et al.*, 2020).

El proceso de cianuración es el método más eficiente para los minerales de fácil recuperación (free-milling), los cuales son definidos como aquellos que pueden ser extraídos

apropiadamente con la cianuración (Marsden & House, 2006). En este tipo de minerales suelen esperarse extracciones por encima del 90%. Cuando las recuperaciones son menores al esperado se debe a diversos factores, entre los que se puede mencionar el tiempo de lixiviación insuficiente, la presencia de minerales que consumen el cianuro u oxígeno, el oro encapsulado en ganga de silicatos u óxidos, o la presencia de especies oro-telurio, entre otros (Habashi, 2016).

En 1846 Elsner determinó que el oxígeno era vital para la disolución de oro en soluciones con cianuro (Bustanza-Rivera, 2019), lo que llevó a que propusiera la reacción química que es la base para los procesos de cianuración del oro.



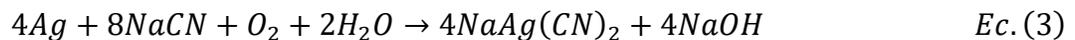
La ecuación anterior corresponde a una reacción heterogénea, la cual está compuesta de tres fases diferentes (Bustanza-Rivera, 2019):

- Líquida, se encuentra el agua y sales disueltas de cianuro.
- Sólida, se encuentra el oro metálico.
- Gaseosa, se encuentra el oxígeno.

En su forma iónica la ecuación de Elsner se puede representar como:



Para la plata metálica, las reacciones químicas son similares a las del oro:



3.3 Minerales refractarios

Los minerales refractarios son aquellos que presentan dificultades para el procesamiento y extracción de los metales preciosos por métodos convencionales como son la gravimetría básica o la lixiviación con cianuro (Bazan *et al.*, 2018; Coaguila-Cornejo & Lázaro-Taco, 2018). La presencia de minerales refractarios afecta la recuperación de los metales; en la cianuración la presencia de estos minerales causa un mayor consumo de

cianuro o una menor eficiencia, provocando que el proceso no sea rentable (Correa *et al.*, 2016).

La refractariedad de un mineral puede clasificarse según sea el porcentaje de recuperación del metal; entre menor sea la recuperación obtenida en la cianuración, mayor será la refractariedad, como se puede observar en la Tabla 1.

Tabla 1. Clasificación de minerales refractarios (Asamoah *et al.*, 2014; Martínez-Rodríguez, 2020).

Clasificación	Recuperación
No refractario	>95%
Levemente refractario	80-95%
Moderadamente refractario	50-80%
Altamente refractario	<50%

3.3.1 Telururos

El telurio es un metaloide el cual puede ser encontrado en forma amorfa o en forma cristalina; cuando es encontrado en forma cristalina es quebradizo y fácilmente pulverizable. Se puede encontrar en diversos minerales *e.g.*, calaverita ($AuTe_2$), telurita (TeO_2), coloradoíta (HgTe) y tetradimita (Bi_2Te_2S).

El telurio tiene diversas aplicaciones, entre éstas se encuentra su empleo como aditivo en las aleaciones a base de plomo, estaño o aluminio, lo cual mejora la resistencia a la corrosión, dureza y elasticidad; además, con los nuevos avances tecnológicos y el campo de los materiales funcionales emergentes se descubrió que el telurio de cadmio (CdTe) es un material crítico para la producción de paneles solares de película delgada (Yi *et al.*, 2022). Aunque este es un elemento escaso en la naturaleza, el telurio es recuperado generalmente de los lodos anódicos de la extracción del Cu.

El telurio puede encontrarse en dos tipos de yacimientos, en depósitos epitermales y depósitos mesotermales (Aguayo *et al.*, 1996). En México existe la mina *La Bambolla*

(*depósito epitermal*), el yacimiento de *San Francisco* (*yacimiento mesotermal*) y una segunda paragénesis en el yacimiento de *San Francisco*; en estos dos yacimientos se encuentran minerales de telurio. Cuando el telurio está ligado al oro y/o plata se convierte en una mena refractaria. En la Tabla 2 se pueden observar las diferentes especies mineralógicas de telurio asociado con el oro y/o la plata.

Tabla 2. Especies mineralógicas de minerales telururos (Aguayo et al., 1996; Harris, 1990).

Telururos/Teluritos	Fórmula química
Calaverita	$AuTe_2$
Hessita	Ag_2Te
Cervelleita	Ag_4TeS
Krennerita	$(Au, Ag)Te_2$
Petzita	Ag_3AuTe_2
Silvanita	$AgAuTe_4$
Montbrayita	$(Au, Sb)_2Te_3$
Kostovita	$CuAuTe_4$
Bogdonovita	$Au_5(Cu, Fe)_3(Te, Pb)_2$
Bezsmertnovita	$Au_4Cu \cdot nTeO_2$
Bilibinskita	$Au_3Cu_2Pb \cdot nTeO_2$
San Francisco 2	$TeAgS_3$
Benleonardita	$Ag_8(Sb, As)Te_2S_3$

En los depósitos epitermales, es común encontrar telururos de oro y plata, los cuales suelen estar asociados con minerales de sulfuro. Además de oro, plata y telurio, también se pueden encontrar otros elementos en estos yacimientos, tales como Zn, Pb, Cu, Cd, As, Sb, Bi, Se, Ga, Ge, In, Mo y Sn (Camprubí & Albinson, 2006). Por otro lado, en los depósitos mesotermales, también se puede encontrar la presencia de telururos de oro y plata. En este tipo de yacimientos, el oro es abundante, pero el telurio nativo es raro (Castillo-Ventureño,

2016). Aunque en algunos depósitos mesotermales puede no haber una presencia significativa de telurio.

3.4 Extracción de oro y plata a partir de minerales refractarios a la cianuración

Para el tratamiento de una mena refractaria se requiere un pretratamiento adecuado, este pretratamiento es un proceso previo a la lixiviación que busca modificar las características del mineral y hacer que los metales preciosos sean más susceptibles a ser disueltos por los reactivos lixiviantes (Celep *et al.*, 2009). En otras palabras, el pretratamiento sirve para aumentar la recuperación del oro y plata a través de los métodos convencionales.

Un ejemplo de un pretratamiento que es practicado para estos minerales es la tostación oxidante de los concentrados de flotación, pero este tratamiento presenta grandes desventajas debido al impacto ambiental relacionado al dióxido de azufre (SO_2) producido, además de que la tostación genera otros gases como son el arsénico, antimonio y mercurio.

Otros métodos utilizados actualmente son: cianuración modificada, molienda ultrafina, oxidación a presión, biooxidación; la efectividad de estos métodos dependerá de las características mineralógicas del mineral para superar la refractariedad que estos presentan. El objetivo de los pretratamientos es descomponer los minerales o mejorar la cinética de reacción, lo que permitirá una mejor extracción de los metales.

La molienda ultrafina, consiste en reducir el tamaño de partícula de los minerales para liberar el oro que contienen. Sin embargo, cuando el oro está presente en minerales huésped, como la arsenopirita, su recuperación efectiva requiere descomponer la matriz mineral mediante tratamientos químicos o biológicos previos (Lehmann *et al.*, 2000). La oxidación a presión y la biooxidación son métodos que se han vuelto relevantes debido a los problemas medioambientales asociados a la tostación, como las emisiones de dióxido de azufre (SO_2).

A continuación, en la Figura 1 se muestra un resumen para la recuperación del oro y plata en minerales refractarios.

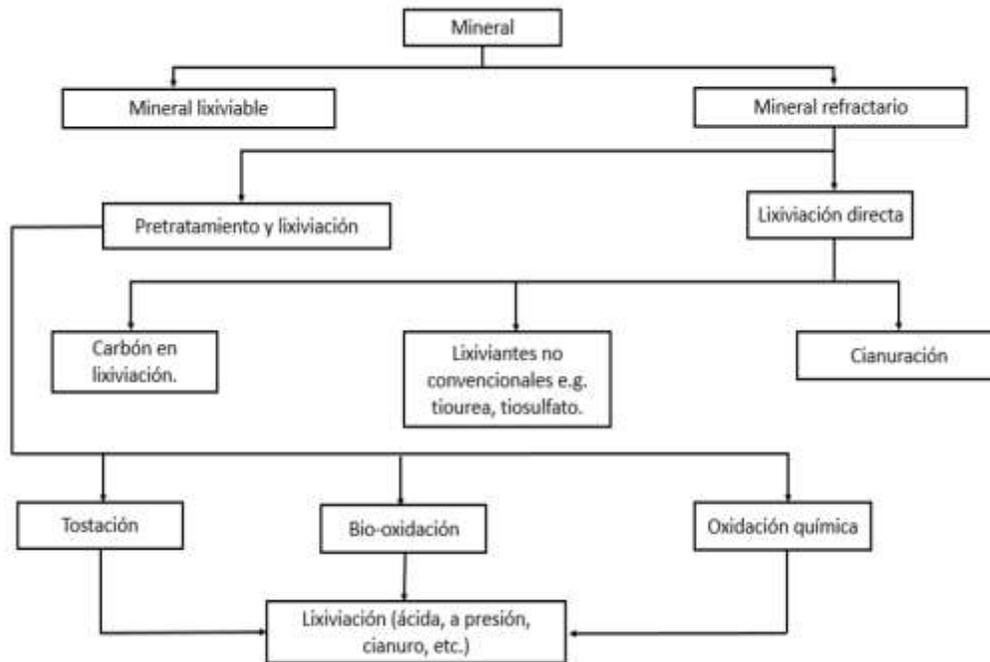


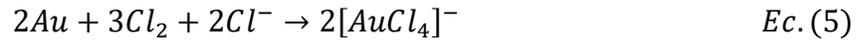
Figura 1. *Recuperación de oro y plata en minerales refractarios (Moreno-Ramos, 2018).*

3.4.1 Uso del hipoclorito de sodio como un agente oxidante para el tratamiento de menas refractarias

Debido a que la lixiviación con cianuro de sodio no ha sido tan efectiva con los minerales refractarios, entre los cuales se pueden mencionar a los que contienen telurio, se han buscado distintas alternativas para la recuperación de los metales de interés (oro y plata), para lo que se han propuestos diferentes pretratamientos antes de la cianuración; uno de estos pretratamientos es el uso de hipoclorito de sodio ($NaClO$) como agente oxidante.

El cloro ha sido usado desde el siglo XIX para la disolución del oro libre que se encuentra en los minerales, pero a inicios del siglo XX la técnica con cloro fue remplazada por el método de cianuración (Baghalha, 2007). Debido a los problemas que hoy en día enfrenta la cianuración con las especies de oro/plata ligadas al telurio (telururos), ha sido necesario encontrar una alternativa viable para la recuperación de los metales preciosos. Una de estas alternativas es una solución de cloruro con un agente oxidante adecuado, en donde uno de los agentes oxidantes más potentes para el sistema mencionado anteriormente es el cloro: en

la ecuación 5 se observa que el cloro en presencia de iones cloruro, disuelve el oro elemental formando un complejo de oro (III), $[AuCl_4]^-$, esto sucede a valores de pH menores de 2 (Baghalha, 2007):



Otro agente oxidante muy utilizado en el sistema de cloruro es el hipoclorito (Jeffrey *et al.*, 2001). En el sistema cloruro-hipoclorito un incremento en la concentración de iones cloro en la lixiviación da como resultado un incremento en la recuperación del oro; el cambio en el pH influye en la presencia de especies oxidantes en la solución de lixiviación con hipoclorito. Para la extracción del oro, el oxidante más efectivo es el ácido hipocloroso ($HOCl$) el cual se encuentra en el rango de pH de entre 4.0 y 7.5; si tenemos un pH por encima de 7.5 se encuentra el hipoclorito (OCl^-) estable, mientras que si el pH resulta por abajo de 4.0 entonces se encuentra el cloro acuoso (Cl_{2ac}) (Anuar *et al.*, 2021). Lo descrito anteriormente puede ser apreciado en la Figura 2.

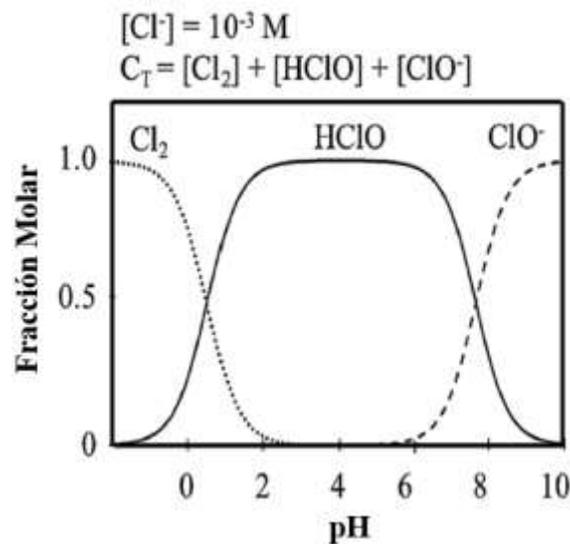
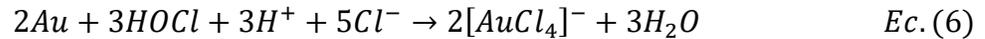


Figura 2. Diagrama de distribución de especies de cloro a 25°C en agua. (Concentración de cloro $10^{-3}M$) (Marsden & House, 2006).

Se puede observar en la ecuación 6 que el oro es oxidado por $HOCl$ para formar complejos de $[AuCl_4]^-$ en la solución del cloruro (Jeffrey *et al.*, 2001).



La velocidad de disolución del oro con el cloro es más rápida con respecto a la de la cianuración convencional, además de que, debido a la presencia de ión cloruro, no existe pasivación de las superficies de oro durante la cloración (Baghalha, 2007; Yen *et al.*, 1990).

Aunque el cloro era utilizado en la antigüedad, este no había sido empleado para el tratamiento de menas refractarias y hoy en día los estudios realizados son muy escasos y/o sus evaluaciones son exclusivamente en oro elemental completamente libre. Trabajos preliminares con especies puras han permitido comprobar que el sistema hipoclorito de sodio en ambiente de ácido nítrico puede romper el enlace oro-telurio o plata-telurio. De estos estudios preliminares surge la necesidad de corroborar la efectividad del hipoclorito como agente oxidante en minerales refractarios, donde la presencia de otras especies (pirita, cuarzo, etc.) podría modificar las conclusiones obtenidas en los trabajos con especies puras.

CAPÍTULO IV

JUSTIFICACIÓN

Cuando los minerales de oro y plata no responden a la lixiviación directa con cianuro se les conoce como minerales refractarios. A medida que las menas de fácil lixiviación se han ido agotando, los minerales refractarios se han encontrado con mayor frecuencia. Debido a su baja o nula respuesta al proceso de cianuración convencional, extraer metales de estos yacimientos se vuelve un proceso difícil, o no rentable. Por esta razón, se requiere el desarrollo de tecnologías eficaces y rentables que permitan la extracción de los metales preciosos de estos depósitos refractarios. Este tema es objeto de investigación e innovación constante.

Entre los tipos de minerales refractarios están los sulfuros, carbonáceos y telururos, siendo los sulfuros los más conocidos y comúnmente encontrado en depósitos de minerales metálicos. Para la extracción de los metales preciosos de las menas refractarias es necesario desarrollar métodos y tecnologías especializadas que van más allá de los métodos convencionales.

Ejemplo de estos tratamientos para minerales refractarios son diferentes tipos de oxidación, molienda ultrafina, tostación entre otros, antes de la cianuración. Entre los diferentes tipos de oxidación se tiene el uso del hipoclorito. Estudios recientes han demostrado que el hipoclorito de sodio muestra una buena eficiencia para la recuperación de los metales preciosos en especies sintéticas refractarias (Jeffrey *et al.*, 2001; Rodríguez-Chávez *et al.*, 2022; Tiburcio-Munive *et al.*, 2020; Yen *et al.*, 1990), pero estos estudios son solo preliminares a nivel laboratorio y no se han empleado con minerales industriales, lo que hace necesaria a una investigación más exhaustiva de este método para poder pensar en su implementación a nivel industrial.

El uso del hipoclorito no solo tiene como objetivo recuperar el oro y la plata, sino también extraer el telurio. Esto se debe a la importancia que ha adquirido este elemento en los últimos años, siendo considerado un metal estratégico.

4.1 Hipótesis

El sistema NaClO-HNO_3 descompone químicamente a los telururos de oro y plata de un mineral refractario, haciendo que el proceso de cianuración posterior sea efectivo y permita recuperar el oro y la plata de manera eficiente.

CAPÍTULO V

METODOLOGÍA

5.1 Materiales, equipo y reactivos

Un trabajo doctoral previo (Rodríguez-Chavez, 2023) evaluó la descomposición oxidativa de dos especies sintéticas refractarias (Ag_2Te y $AuTe_2$) antes de la cianuración y trabajó en la caracterización de dos minerales industriales del estado de Sonora. Debido a complicaciones en los métodos de análisis de oro en minerales que contienen telurio, el trabajo doctoral se centró en la evaluación de las especies sintéticas y en el desarrollo de una técnica de análisis de oro en minerales con telurio, por lo que ya no se realizó la evaluación de la oxidación con hipoclorito en los minerales industriales. En el presente trabajo se evaluó el sistema hipoclorito de sodio en soluciones con ácido nítrico para los minerales que ya fueron caracterizados.

Los minerales pasaron por un proceso de trituración, molienda y homogenización; dichos minerales fueron caracterizados mediante las técnicas de difracción de rayos x, microscopía electrónica de barrido y análisis químico. En ambos minerales se tiene como principal componente el cuarzo, además de contener otras especies y también oro, plata y telurio. En el Mineral 1 se encontró una alta concentración de oro mientras que en el Mineral 2 se observó un alto contenido de telurio; esta información se presenta en la Figura 3.

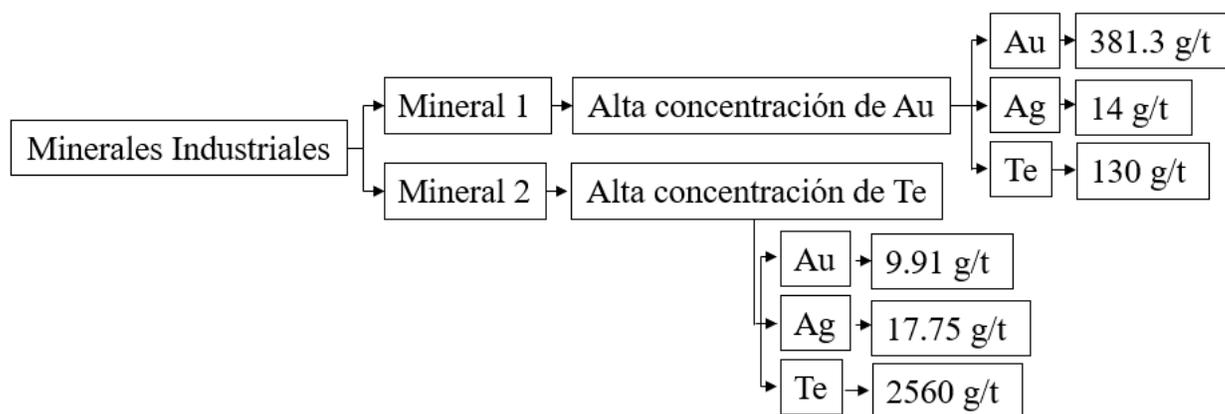


Figura 3. *Minerales industriales de interés.*

La Tabla 3 presenta el tamaño de partícula y los gramos de mineral utilizados en las pruebas, la Tabla 4 presenta los reactivos utilizados en el proceso de cianuración convencional y la descomposición oxidativa de los minerales industriales, y la Tabla 5 presenta los equipos utilizados en el desarrollo experimental.

Los residuos finales de las oxidaciones de los minerales y de las cianuraciones se caracterizaron por microscopía electrónica de barrido, difracción de rayos x y análisis químico por espectroscopía de absorción atómica.

Tabla 3. *Peso de las muestras y tamaño de partícula de los minerales utilizados.*

Mineral	Peso de la muestra (g)	Tamaño de partícula (μm)
Mineral 1	50.00	≤ 106
Mineral 2	50.00	≤ 106

En la Tabla 4 se muestran los reactivos químicos utilizados en las experimentaciones. La elección del hipoclorito de sodio y del ácido nítrico se basó en los resultados obtenidos en la tesis doctoral y en el artículo científico previos a este trabajo, donde Rodríguez-Chávez *et al.*

(2022) mencionan que se obtienen mejores resultados al utilizar $NaClO$ como agente oxidante comparado con el hipoclorito de calcio, y ajustando el pH con HNO_3 , a diferencia de usar ácido sulfúrico o clorhídrico.

Tabla 4. *Reactivos químicos utilizados en el desarrollo experimental.*

Reactivo	Fórmula química	Marca	Pureza
Cianuro de sodio	$NaCN$	Sigma-Aldrich	97%
Hidróxido de sodio	$NaOH$	J.T. Baker	98.9%
Hipoclorito de sodio	$NaClO$	Jalmek	23%-24%
Ácido nítrico concentrado	HNO_3	Fermont	70%

Tabla 5. *Equipos utilizados para el desarrollo experimental en los minerales.*

Equipo	Marca	Modelo
Balanza Analítica	Ohaus	Pionner PA114
Agitador Mecánico	Caframo	BDC3030
Sistema de control de temperatura	NESLAB	Exacal
Sonda multiparamétrica	HANNA	HI98196
Absorción atómica	Varían Spectra AA	220 Fast Sequential

5.2 Metodología experimental

Para el estudio de la descomposición oxidativa de los telururos en minerales industriales se siguió la concentración de oro, plata y telurio en solución, el pH, la temperatura y el potencial redox de la solución. Las variables fueron el pH, la concentración de hipoclorito y el tiempo.

Las descomposiciones oxidativas y las cianuraciones del mineral fueron realizadas en un reactor enchaquetado de 1000 mL, el cual estuvo conectado a un baño de temperatura para su control.

La metodología seguida para el periodo experimental fue la siguiente:

- Caracterización del mineral fresco para conocer su composición química (realizado en parte en un estudio previo).
- Cianuración convencional para corroborar la refractariedad de los minerales.
- Descomposición oxidativa con $NaClO$ como agente oxidante en un ambiente de ácido nítrico.
- Lavado y secado del mineral tratado con $NaClO$, y posterior cianuración de los minerales tratados.
- Caracterización de los sólidos y soluciones finales

Lo descrito anteriormente puede ser observado con mayor detalle en la Figura 4, los experimentos de cianuración en condiciones industriales se llevaron a cabo inicialmente en triplicado; sin embargo, debido a la escasez de material, las posteriores experimentaciones se redujeron a duplicado.

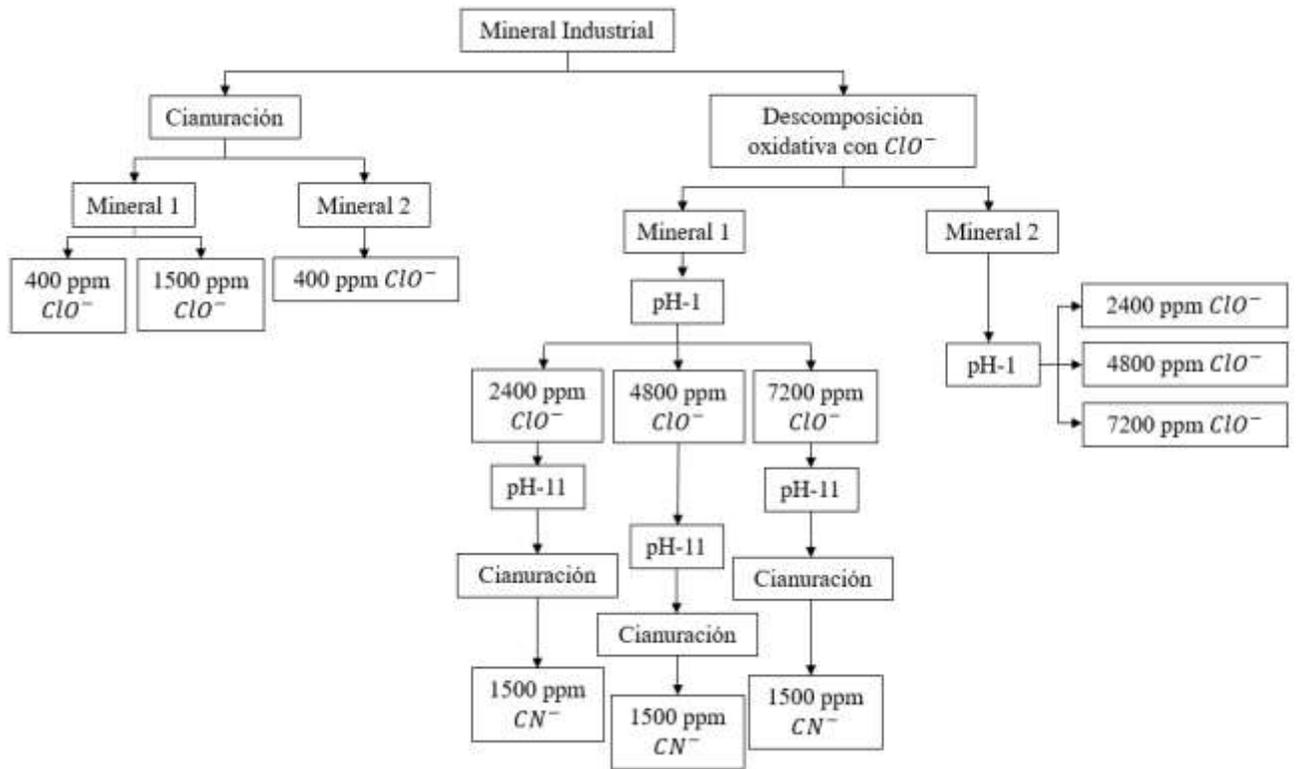


Figura 4. Esquema de la metodología experimental.

5.2.1 Caracterización de los minerales industriales

La caracterización realizada a los minerales industriales fue llevada a cabo por distintas técnicas de caracterización en el CINVESTAV unidad Saltillo. Una parte de esta caracterización se realizó en un estudio previo (Rodríguez-Chávez, 2023). En este trabajo se realizó el análisis químico de los minerales, y todas las caracterizaciones de los sólidos finales de las pruebas de oxidación.

5.2.1.1 Análisis químico de los minerales industriales

Se llevaron a cabo análisis químicos utilizando ICP para determinar la composición química de las muestras. Se enviaron aproximadamente 40 g de mineral fresco y de los residuos finales para su análisis. Además, se enviaron alrededor de 5 mL de las soluciones finales de los experimentos por cada elemento que se deseaba analizar. Los análisis se realizaron

utilizando el equipo de absorción atómica marca THERMO SCIENTIFIC modelo ICE 3300 y/o un espectrómetro de emisión por plasma marca PERKIN ELMER modelo OPTIMA 8300.

5.2.1.2 DRX (minerales industriales)

La técnica de Difracción de Rayos X (DRX) determina la estructura cristalina de los minerales mediante la interacción de rayos X con la muestra a caracterizar, esta interacción da como resultado un patrón de difracción característico, el cual permite identificar las especies presentes en la muestra. Para esta caracterización se tomó aproximadamente 1 g del mineral y se procedió a analizarlo utilizando un equipo de marca Phillips modelo X'Pert. La información proporcionada por el equipo fue leída en el software Match (Crystal Impact) y graficadas con apoyo del software Sigma Plot 11 (Systat Software, Inc.).

5.2.1.3 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Se utilizó alrededor de 1g de los minerales (fresco y residuos de las pruebas); los minerales fueron recubiertos con carbón y finalmente fueron analizados en el microscopio electrónico de barrido (PHILIPS modelo XL30ESEM).

5.2.2 Cianuración de minerales industriales refractarios

Logsdon *et al.* (1999) mencionan que para la extracción del oro en las industrias mineras son utilizadas soluciones muy diluidas de cianuro de sodio, las cuales rondan entre 0.01% a 0.05% de cianuro lo que representa 100 a 500 partes por millón. Las condiciones elegidas para trabajar fueron 400 ppm de CN^- en un medio alcalino (pH-11) ajustado con hidróxido de sodio ($NaOH$) a 350 rpm con 50 gramos de la muestra en 500 mL de agua desionizada. También se trabajó con un exceso de cianuro (1500 ppm CN^-), manteniendo las demás condiciones de peso, volumen, velocidad de agitación y temperatura constantes.

Las lixiviaciones iniciales realizadas a los minerales en su estado inicial permitieron conocer el grado de refractariedad de cada uno. El arreglo experimental usado para estas pruebas es mostrado en la Figura 6.

La metodología para la experimentación fue la siguiente: en el reactor enchaquetado de 1000 mL fueron vertidos 500 mL de agua desionizada; posterior a ello se agregaron los 50 g del mineral industrial a trabajar, se agregó la cantidad deseada de CN^- y una vez ajustado el pH a 11 empezó a correr el tiempo de lixiviación el cual fue de 6 h para los experimentos con 400 ppm CN^- y 5 h para las pruebas con 1500 ppm de CN^- .



Figura 5. *Arreglo experimental para lixiviaciones de minerales industriales.*

Se tomaron muestras de solución a la primera $\frac{1}{2}$ h; la siguiente muestra fue tomada a la 1 h y a partir de ese momento cada muestra fue tomada en lapsos de una hora hasta llegar al tiempo determinado de la experimentación.

Para el Mineral 1 se tomó 1.5 mL de muestra, la cual fue filtrada y aforada en un matraz de 10 mL. En el Mineral 2, se tomaron 10 mL directamente de la solución y fue filtrada. Las muestras una vez filtradas y diluidas (si es que aplica) pasaron finalmente a ser leídas en absorción atómica (AA).

5.2.3 Descomposición oxidativa con NaClO de los minerales refractarios industriales

El pretratamiento fue realizado bajo las condiciones de un medio ácido (pH-1) ajustado con HNO_3 , con diferentes concentraciones de hipoclorito y 50 g del mineral. Las concentraciones de hipoclorito utilizadas (2400 ppm ClO^- , 4800 ppm ClO^- , 7200 ppm ClO^-) se expresan como hipoclorito libre, pero fueron obtenidas a partir de hipoclorito de sodio.

Al igual en la lixiviación con CN^- , en el mismo reactor de 1000 mL se vaciaron 500 mL de agua desionizada, se agregaron 50 g del mineral y se agregó la cantidad de hipoclorito deseada. Una vez ajustado el pH con ácido nítrico dio inicio la prueba con una velocidad de agitación de 350 rpm, la cual se mantuvo constante en todo el tiempo. Durante las pruebas se mantuvo la temperatura constante a 25°C y en un sistema abierto a la atmósfera para permitir la entrada de oxígeno.

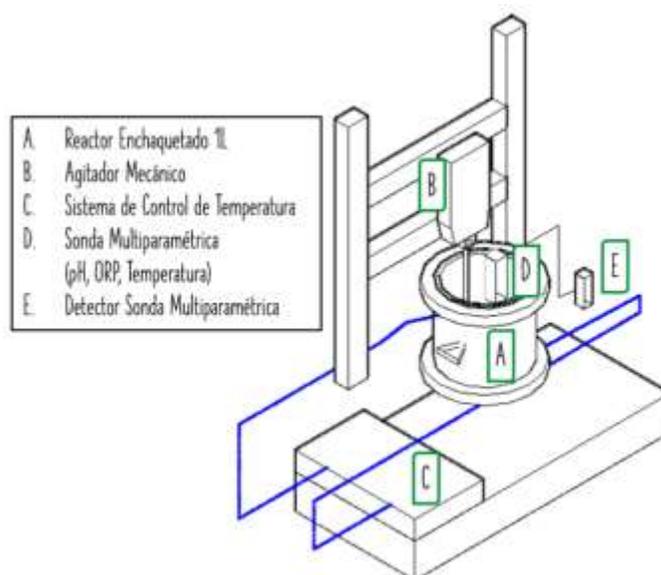


Figura 6. Esquema del arreglo experimental para la descomposición oxidativa.

Inicialmente el tiempo de experimentación fue de 6 h para el Mineral 1 y de 5 h para el Mineral 2, pero debido a que no se vieron cambios significativos con respecto a las disoluciones a partir de las 3 h se optó por reducir el estudio a 3 horas en ambos casos.

En estas pruebas se tomaron 10 mL de muestra tanto para el Mineral 1 como para el Mineral 2. Las soluciones se filtraron y se pasó directamente a Absorción Atómica. Para el caso del

telurio en el Mineral 2 hubo una diferencia: de los 10 mL tomados de la solución, una vez filtrado se tomó 1 mL para ser aforado a 10 mL con agua desionizada previamente preparada al pH trabajado. Esto se debe a que el Mineral 2 contiene una alta concentración de telurio, por lo cual, para poder ser leído en el equipo de AA la muestra debe de ser diluida.

5.2.4 Lavado al mineral después de la descomposición oxidativa con NaClO

Una vez finalizada la descomposición oxidativa, los residuos del Mineral 1 fueron filtrados. Posteriormente, la muestra se dejó secar a temperatura ambiente. Una vez seca la muestra se volvió a pesar y luego se procedió a realizar un lavado con agua desionizada hasta alcanzar el pH inicial antes del tratamiento.

Cuando el pH requerido fue alcanzado, el mineral fue nuevamente dejado a temperatura ambiente para su secado. Esto se hizo con el fin de pesarlo nuevamente y, a partir de ese peso, realizar el cálculo correspondiente de los porcentajes de disolución de los metales de interés (Au, Ag, Te) en la cianuración posterior al pretratamiento. La Figura 7 muestra fotos de las etapas de lavado de mineral.

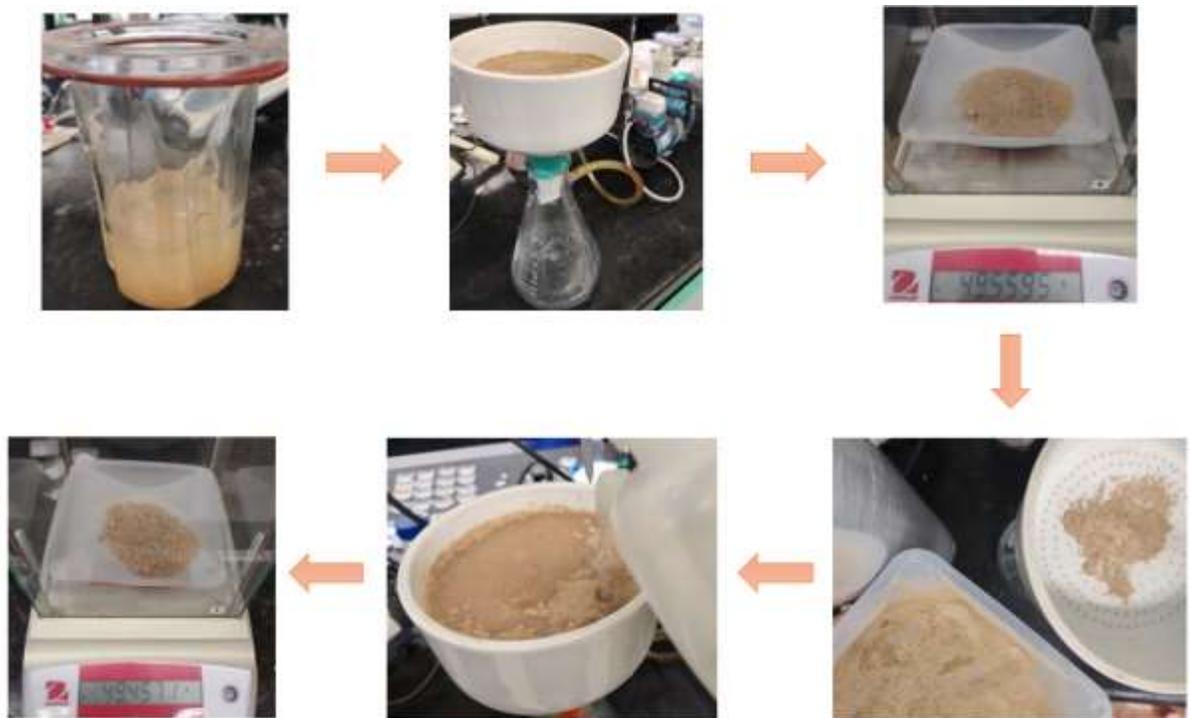


Figura 7. *Proceso de lavado del mineral.*

5.2.5 Cianuración después de la descomposición oxidativa con NaClO del Mineral 1

Teniendo secado y lavado el mineral tratado anteriormente se procede a la cianuración correspondiente; esta cianuración se realizó con un exceso de cianuro (1500 ppm CN^-). Al igual que la cianuración en el mineral fresco las cianuraciones después de pretratamiento se llevaron a cabo en un reactor enchaquetado de 1000 mL conectado a un baño a temperatura. Se vierten 500 mL de agua desionizada en el reactor, se añade alrededor de 49 g de la muestra restante del mineral que quedó después del pretratamiento aplicado. Una vez el mineral ya incorporado en el reactor con agua desionizada se adiciona la cantidad de cianuro deseada, se ajusta el pH hasta el valor deseado con $NaOH$ y finalmente empieza a correr el tiempo de la prueba (5 h).

Los parámetros pH, ORP y temperatura fueron monitoreados durante la prueba; se mantuvo una velocidad constante de 350 rpm, se trabajó abierto a la atmosfera y con una temperatura constante de 25°C.

Se tomaron muestras a la ½ h, 1 h, 2 h, 3 h, 4 h y 5 h; se tomaron 10 mL de solución, la cual fue filtrada, de esa cantidad tomada se ocuparon 1 mL, el cual fue aforado a 10 mL con agua desionizada al pH trabajado, esto con la finalidad de poder leer la cantidad de Au en el equipo de AA. En el volumen restante de los 10 mL se hicieron las lecturas de telurio y plata en el equipo de absorción atómica.

CAPÍTULO VI

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1 Caracterización de los minerales industriales

Los minerales industriales fueron caracterizados utilizando diversas técnicas disponibles en la Unidad Saltillo: Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Análisis Químico (Absorción Atómica/ICP). Se caracterizaron los sólidos iniciales (mineral fresco) y los sólidos finales de las pruebas realizadas.

6.1.1 Composición química

Las concentraciones de oro y plata en los minerales industriales fueron previamente cuantificadas en un estudio doctoral utilizando la técnica propuesta por (Rodríguez-Chávez, 2023), denominada FADAES (Fusión alcalina - Digestión ácida - Extracción por solventes). Esta técnica tuvo como objetivo la caracterización precisa del oro presente en minerales conteniendo telururos, ya que Santos-Munguía (2019) demostró que existe una sobreestimación en la determinación del contenido de oro cuando se utiliza la copelación en minerales que contienen oro ligado al telurio. Ya en este trabajo que se presenta se complementó la caracterización con análisis químico utilizando ICP. El análisis obtenido para los dos minerales utilizados se reporta en la Tabla 6.

Tabla 6. *Composición química de los minerales.*

	Au (g/t)	Ag (g/t)	Te (g/t)	Pb (g/t)	Ba (g/t)	Cd (g/t)	S (g/t)	Fe (g/t)
Mineral 1	381.3	14.00	130	85.27	10.59	2.35	33100	24900
Mineral 2	9.91	17.75	2560	356.15	7560	2.82	2450	15400

6.1.2 Difracción de rayos X

Tanto a los minerales en su estado inicial como a los sólidos remanentes de las pruebas se les realizó un análisis por difracción de rayos X. En esta sección se presentan los difractogramas de los minerales frescos, y las caracterizaciones de los sólidos finales se presentan en las secciones correspondientes a cada sección experimental.

- *Mineral 1*

En el difractograma mostrado a continuación (Figura 8) se puede observar que en el mineral fresco presenta una matriz constituida principalmente por cuarzo (SiO_2), además de otras especies minerales en menor proporción, como barita y caolinita. Las especies de oro/plata/teluro no se pueden detectar por esta técnica debido a su baja concentración en el mineral.

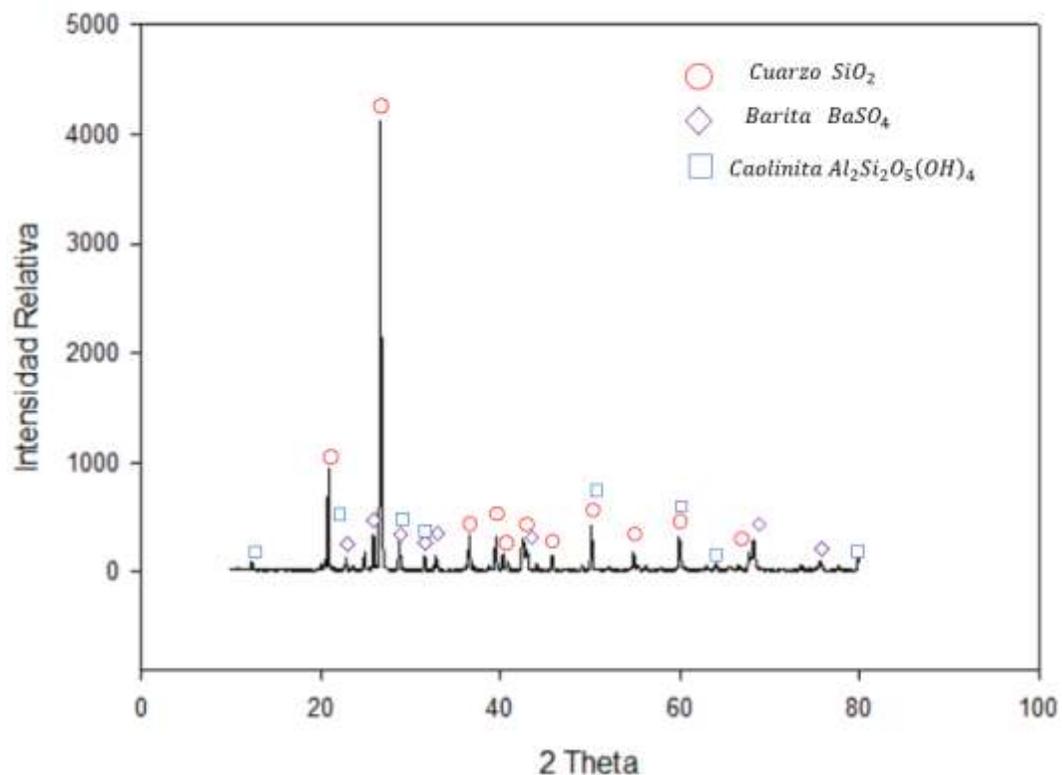


Figura 8. Patrón de DRX al Mineral 1 fresco.

- **Mineral 2**

El difractograma del Mineral 2 (Fig. 9) es similar al del Mineral 1 en cuanto a la matriz principal, excepto que este segundo mineral no contiene barita. De igual manera, la presencia de los telururos de oro/plata no es detectada por esta técnica debido a su baja concentración.

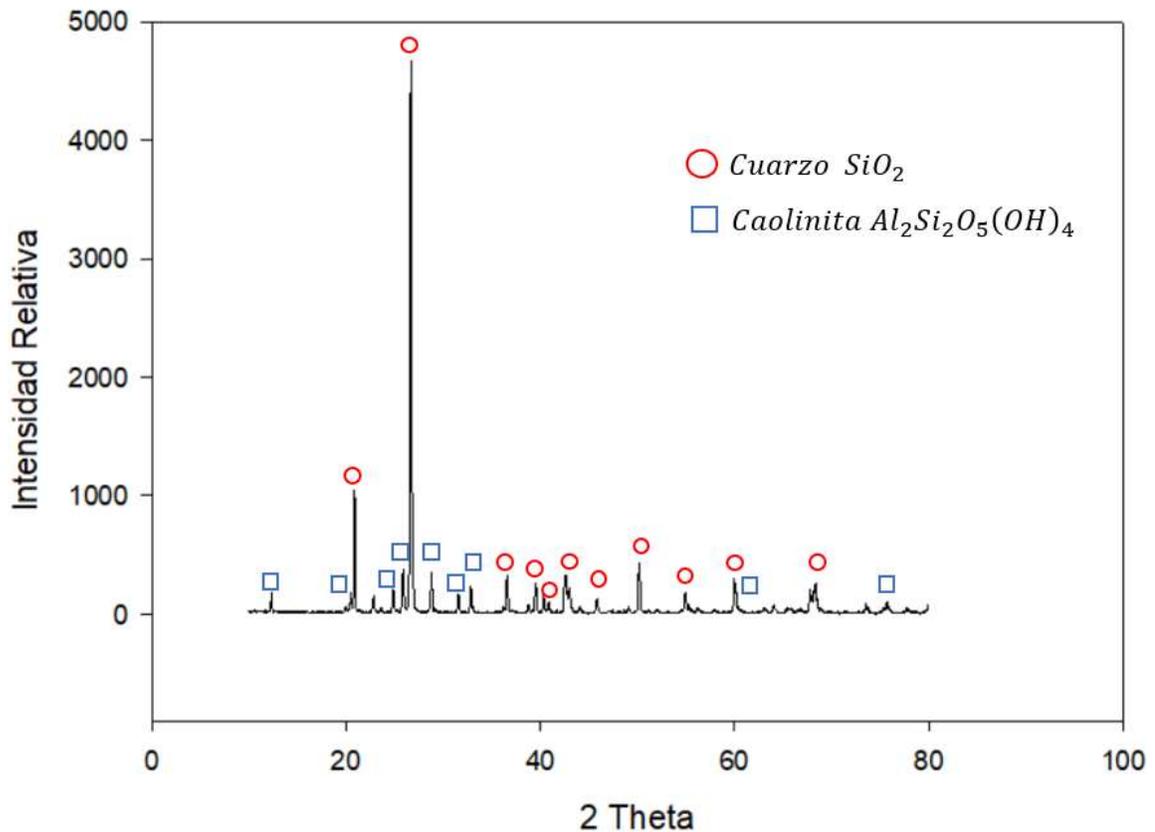


Figura 9. Patrón de DRX al Mineral 2 fresco.

6.1.3 Microscopía Electrónica de Barrido

Para su análisis por MEB, las muestras fueron recubiertas con carbón para facilitar la conductividad. En todos los espectros de energía dispersiva (EDS), se observó un pico

ubicado en la esquina izquierda que corresponde al recubrimiento de carbón y por lo cual, este pico no fue considerado en los análisis.

- **Mineral 1**

La muestra preparada del mineral fresco fue analizada utilizando el equipo PHILIPS modelo XL30ESEM para buscar la presencia de partículas que contuvieran los elementos de interés, como el oro (Au), la plata (Ag) y el telurio (Te). En la Figura 10 se muestra la micrografía de una partícula que contiene dos de los elementos de interés, Au y Te, y se complementa con su espectro de energía dispersiva (EDS). Se observa que el tamaño de la partícula es de alrededor de 5 μm . Al realizar un análisis puntual en la partícula brillante se determinó que el porcentaje atómico es de 2 a 1, lo que sugiere que esta partícula corresponde al telururo de oro conocido como calaverita (AuTe_2). Esta observación confirma la presencia de los elementos de interés, y es consistente con la naturaleza del oro, que puede encontrarse en forma libre, ocluido y/o ligado químicamente al telurio.

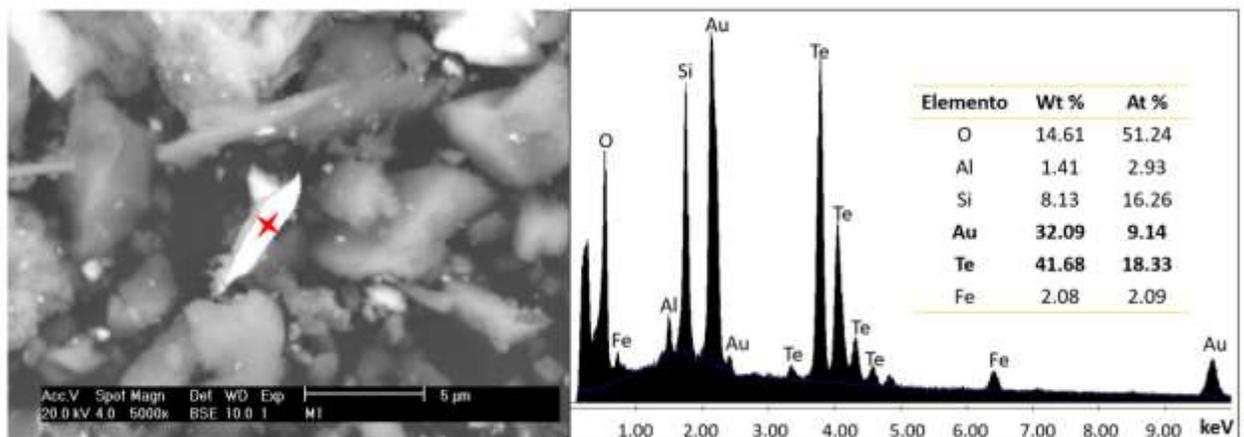


Figura 10. Micrografía y análisis puntual de una partícula de telururo de oro en Mineral 1 (fresco).

- **Mineral 2**

Se encontró la presencia de telurio junto con la plata en una partícula (Figura 11). Cabe destacar que esta partícula se encuentra ocluida dentro de otra especie mineral. El tamaño de

la partícula de los elementos de interés es inferior a $2 \mu m$. Al realizar un análisis puntual, se observó la presencia de telurio y plata, así como la detección de otros elementos, como hierro (Fe), cobre (Cu) y azufre (S), que pertenecen a la categoría de cianicidas. Sin embargo, debido a la baja concentración de oro en este mineral, no fue posible encontrar una partícula correspondiente a este elemento.

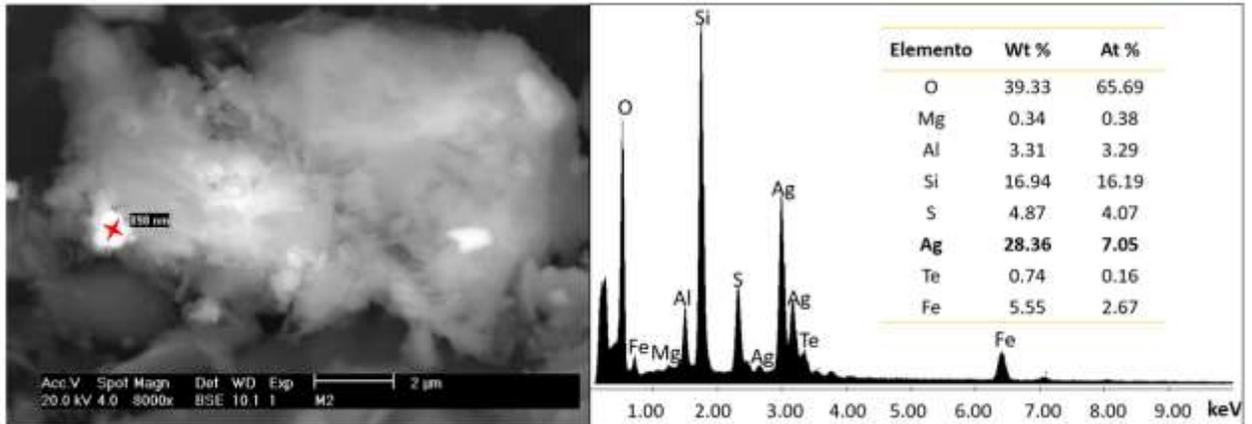


Figura 11. Micrografía y análisis puntual de partícula interés en Mineral 2 (fresco).

6.2 Cianuración convencional

Como se mencionó en la metodología, se realizaron cianuraciones a condiciones industriales y un tiempo de 6 h para los dos minerales. Los resultados obtenidos se muestran en la Figura 12, donde se grafican los perfiles de oro, plata y telurio en función del tiempo y se aplicó un análisis de t-student con un nivel de confianza del 95% para la generación de las barras de error correspondientes. En el caso del Mineral 1 (Fig. 12 A) la mayor disolución de oro ocurre entre $\frac{1}{2}$ h y 1 h, manteniéndose constante la concentración después de la primera hora, a diferencia del Mineral 2 (Fig. 12 B), en el cual la máxima disolución de oro se obtiene entre la 4ta y 6ta hora. En ambos minerales la disolución mayor se tiene en la primera hora. Se puede pensar que un aumento en el tiempo de cianuración no tendrá efecto importante en la recuperación de oro.

La plata en los dos minerales presentó una rápida disolución en la primera $\frac{1}{2}$ h, alcanzando la mayor recuperación a las 6 h. En el caso del telurio se puede ver que en el Mineral 1 no

fue disuelto y en el Mineral 2 la disolución es baja (9%), manteniéndose constante después de la primera media hora. Al final de las cianuraciones, el Mineral 1 (Fig. 12A) alcanzó una disolución del 28.49% Au, 67.60% Ag y 0% de Te; el Mineral 2 presentó recuperaciones a 6 h de 70.74% Au, 81.85% Ag y 8.08% Te (Fig. 12B).

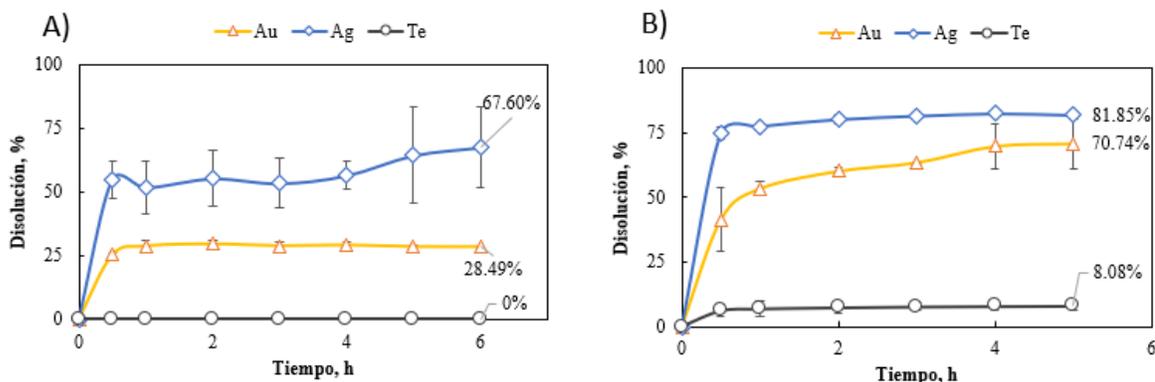


Figura 12. Disolución de oro, plata y telurio para las cianuraciones alcalinas (pH-11) a 400 ppm CN⁻, 50 g de mineral en 500 mL de solución, 350 rpm, 25°C y solución abierta a la atmósfera. A) Mineral 1 y B) Mineral 2.

En los perfiles de los metales disueltos para ambos minerales se puede observar una inhibición de la reacción, que podría ser causada por la formación de una capa pasiva, o bien, por el agotamiento del agente lixivante, el cianuro. De haber una capa pasiva tal vez ésta podría ser observada en la caracterización de las muestras

Con el objeto de ver si la inhibición de la cianuración es debida a la falta de cianuro en el Mineral 1, que contiene una alta concentración de oro, se realizó una lixiviación con un exceso de cianuro (1500 ppm CN⁻). Estas pruebas se llevaron a cabo en duplicado durante un período de 5 horas y se compararon con los valores obtenidos en las condiciones industriales (Figura 13).

Se puede observar en la Figura 13 que, para el Mineral 1, al aumentar la concentración de cianuro la disolución de oro muestra una cinética más rápida. Sin embargo, al igual que en las condiciones industriales, se observa una tendencia a la pasivación después de la segunda

hora. Además, se observa que el aumento en la concentración de cianuro no favorece la disolución de telurio en este mineral.

El aumento en la concentración de cianuro incrementa la máxima recuperación de oro obtenida, pasando de 28.49% hasta 45.11% teniendo un incremento del 58.34%, tomando como valor inicial de referencia la disolución final en condiciones industriales, 400 ppm de cianuro libre (Figura 14).

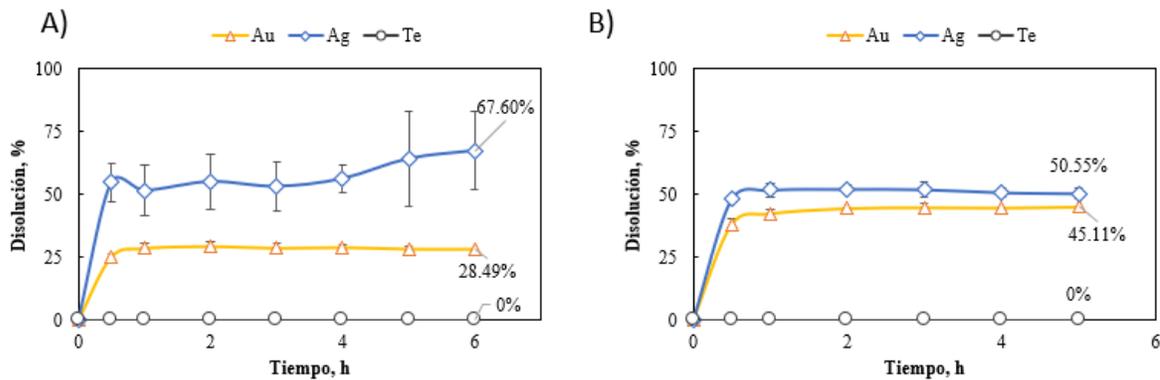


Figura 13. Comparación entre las disoluciones de oro, plata y telurio para diferentes concentraciones de CN⁻ en el Mineral 1, 50 g de mineral en 500 mL de solución, 350 rpm, 25°C, pH-11 y solución abierta a la atmósfera. A) 400 ppm CN⁻ y B) 1500 ppm CN⁻.

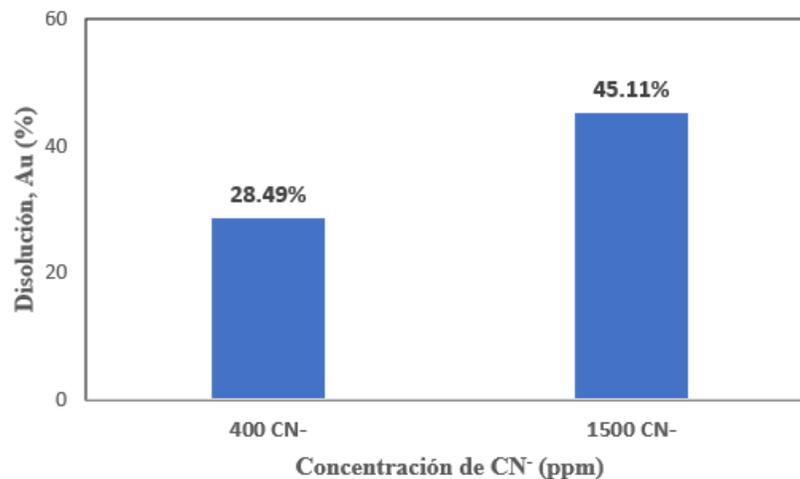


Figura 14. Incremento en la disolución de oro para las diferentes concentraciones de CN⁻.

6.3 Descomposición oxidativa antes de la cianuración

Con base en los resultados de las pruebas de cianuración realizadas a los dos minerales bajo condiciones de cianuración industriales y con un exceso de cianuro, se observa, al compararlos con la Tabla 1, que estos minerales pueden clasificarse dentro del rango de moderadamente a levemente refractarios, lo que explica que el proceso de cianuración no sea tan efectivo en ellos y además se vuelva costoso.

Entre los factores que causan que el mineral sea clasificado como refractario se puede mencionar la presencia de especies cianicidas, o también podría considerarse la refractariedad química, la cual es la unión química entre el oro/plata y el telurio, que no permite su disolución/oxidación en el proceso de cianuración convencional.

Una vez corroborada la refractariedad de estos minerales, se da paso a la aplicación de la descomposición oxidativa con $NaClO$ a los dos minerales, para lo cual se evaluó el efecto de la concentración del oxidante en el ambiente de ácido nítrico evaluado (pH-1) a temperatura constante de $25^{\circ}C$ y una velocidad de agitación constante de 350 rpm.

- **Mineral 1**

En la Figura 15 se muestran los perfiles de potencial de reducción de la solución (ORP), la disolución de telurio (Te), plata (Ag) y de oro (Au) (en los casos en los que hubo disolución de este metal), durante la descomposición oxidativa aplicada al Mineral 1 para tres concentraciones del oxidante y al igual que en la cianuración para la generación de las barras de error se utilizó un análisis t-student con un nivel de confianza del 95%.

Para la descomposición oxidativa con la menor concentración de hipoclorito (2400 ppm ClO^{-}) (Fig. 15A), se observa que en la primera media hora ya se tiene la máxima disolución de telurio. Después de los primeros treinta minutos la disolución se inhibe. Como se mencionó anteriormente, esto podría ser causado por la falta de oxidante debido a su consumo por otras especies presentes en el mineral. La inhibición también podría ser causada por la

formación de una película formada sobre la partícula, lo cual impediría que la partícula continúe reaccionando.

En el caso de la plata (Ag), la disolución en cualquier momento es muy baja, lo que podría ser causado por la formación de cloruro de plata, especie de baja solubilidad como se mencionó en los antecedentes.

En cuanto a la disolución del oro, para esta concentración del oxidante no se pudo detectar su presencia en el análisis por absorción atómica. Esto indica que la disolución del oro no ocurrió significativamente en las condiciones de estudio.

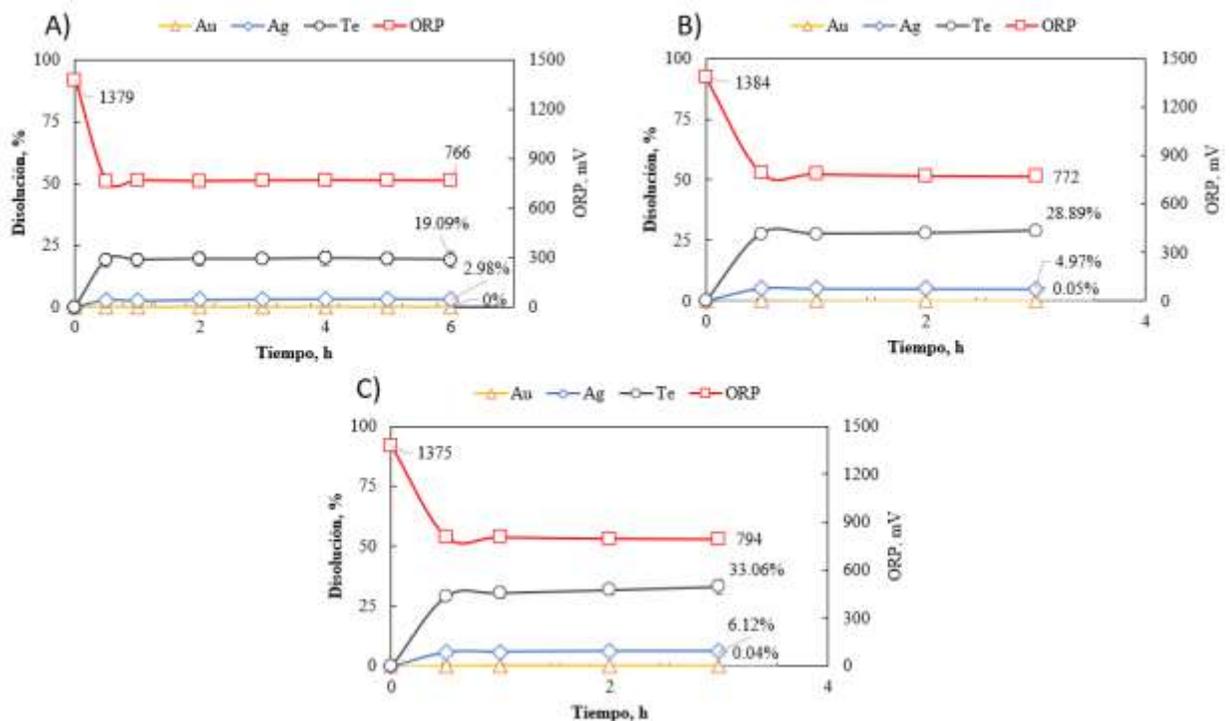


Figura 15. Disolución de Au, Ag, Te a diferentes concentraciones del oxidante en el Mineral 1, a) 2400 ppm ClO⁻, b) 4800 ppm ClO⁻, c) 7200 ppm ClO⁻. 50 g de mineral en 500 mL de solución, 350 rpm, 25°C, pH-1 (HNO₃) y solución abierta a la atmósfera.

Al aumentar la concentración del oxidante se observa un aumento en la disolución del telurio, así como también en la disolución de la plata. Sin embargo, en el caso del oro la concentración de oro disuelto es apenas perceptible para las concentraciones de 4800 ppm y

7200 ppm de hipoclorito (Fig. 15B, Fig. 15C). Puede observarse que el incremento en la concentración del oxidante tiene un mayor impacto en la disolución del telurio y de la plata, mientras que tiene un efecto casi despreciable en la disolución del oro.

Analizando las tres concentraciones trabajadas se aprecia en los tres casos que la cinética de la reacción es muy rápida, observándose que la mayor parte del proceso ocurre dentro de los primeros 30 min y después de esa disolución rápida la reacción tiende a inhibirse para las tres concentraciones del oxidante.

Otro punto importante a mencionar es el perfil del Potencial Redox (ORP) en la descomposición oxidativa de las tres diferentes concentraciones realizadas. Es evidente que el ORP disminuye significativamente en la primera media hora, que es cuando se observa la mayor disolución de telurio y esta caída se puede relacionar con una alta actividad oxidativa, la cual, indica un consumo del oxidante aplicado al proceso. Además, se observa una caída similar en los tres experimentos, con una disminución de 1379 a 777 mV vs SHE aproximadamente.

- **DRX**

Las muestras tratadas con hipoclorito se caracterizaron mediante DRX, y los resultados obtenidos muestran que no hay variación en el difractograma en comparación con el mineral fresco, como se muestra en la Fig. 16. Esto significa que los cambios provocados por la reacción de oxidación no son detectables en las especies mayoritarias de los minerales.

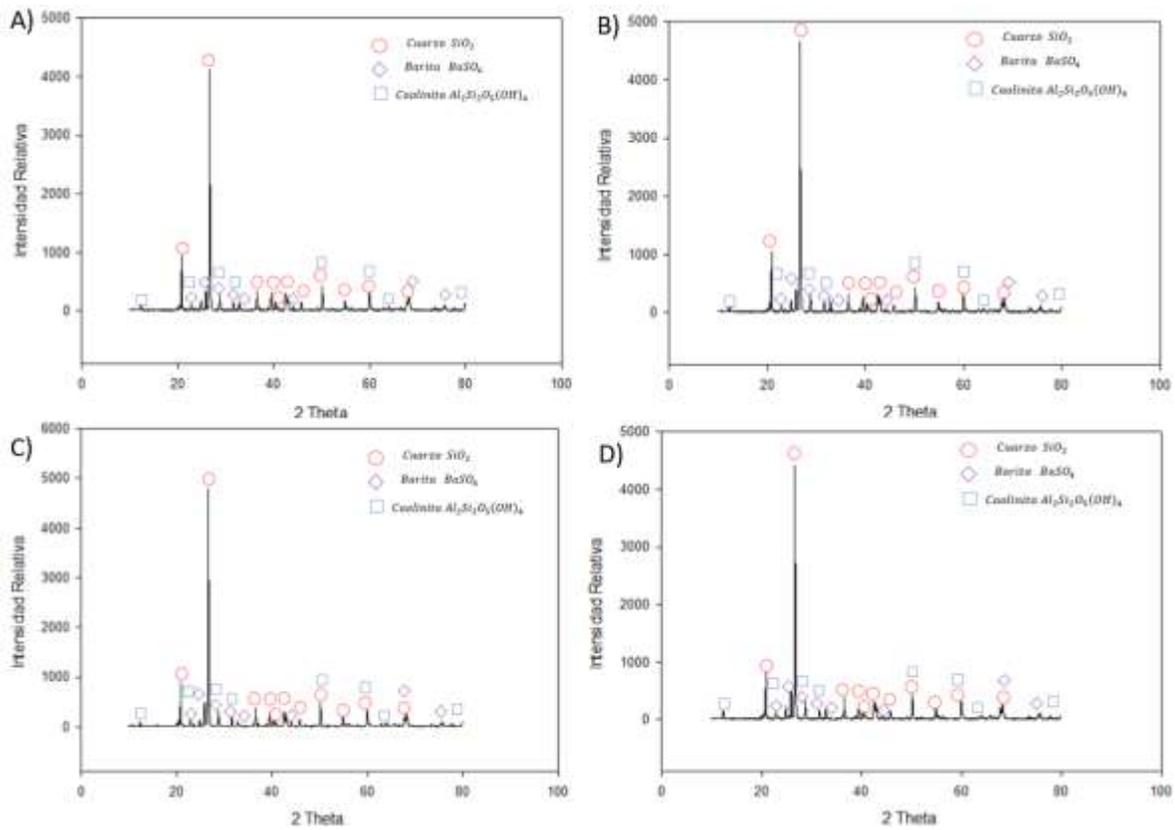


Figura 16. Patrones de DRX en el Mineral 1(A) Fresco, (B) residuo del pretratamiento 2400 ppm ClO^- , (C) residuo del pretratamiento 4800 ppm ClO^- , (D) residuo del pretratamiento 7200 ppm ClO^- .

- **MEB**
 - **2400 ppm ClO^-**

Se enviaron muestras representativas de los sólidos finales para ser analizadas mediante microscopía electrónica de barrido. Los resultados obtenidos incluyen micrografías y análisis puntuales. En la Figura 17 se puede observar una partícula de oro con una morfología no uniforme y un tamaño aproximado de 2 μm .

Esta partícula de oro se identificó en los residuos del Mineral 1 tratado con 2400 ppm ClO^- . Su presencia sugiere que puede tratarse tanto de oro que estaba libre inicialmente, como de oro que quedó libre durante el proceso de descomposición oxidativa. Esta observación se

confirma al examinar el mapa por EDS de distribución de los elementos, mostrado en la Figura 18. En dicho mapa, no se detecta plata ni telurio en la partícula de oro, pero sí la presencia de titanio y de hierro. Es importante destacar que estos elementos no están unidos al oro, sino que se encuentran alrededor de ella, como se corrobora en la Figura 18, donde se puede apreciar que el perfil del oro no es similar al de ningún otro elemento, lo que indica que el oro está presente en forma elemental.

Otro elemento interesante que se puede observar presente en el mineral es el vanadio. Esto indica que el mineral no solo contiene oro, sino también otros metales de valor como titanio y vanadio. Estos metales pueden ser de interés para investigaciones adicionales y estudios más detallados.

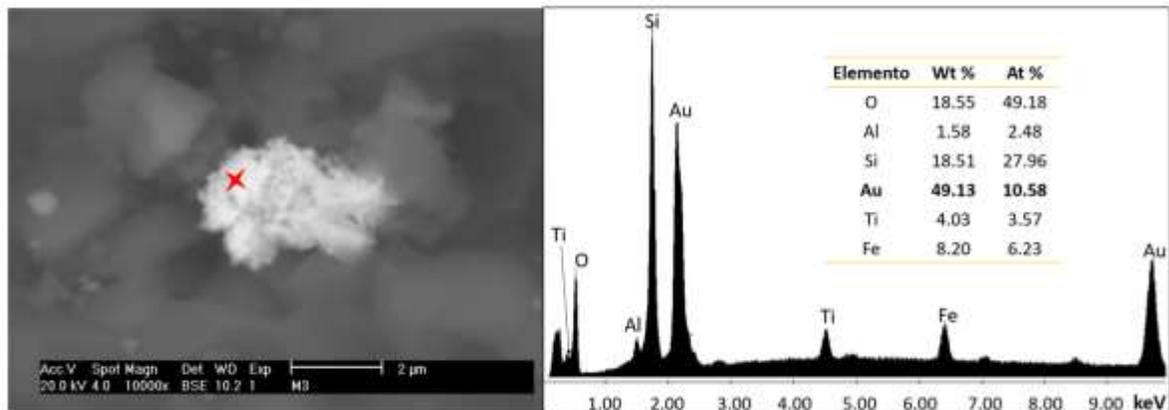


Figura 17. Micrografía y análisis puntual de una partícula oro de los residuos de la descomposición oxidativa en Mineral 1 (2400 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1) correspondiente a la prueba de la Figura 15A.

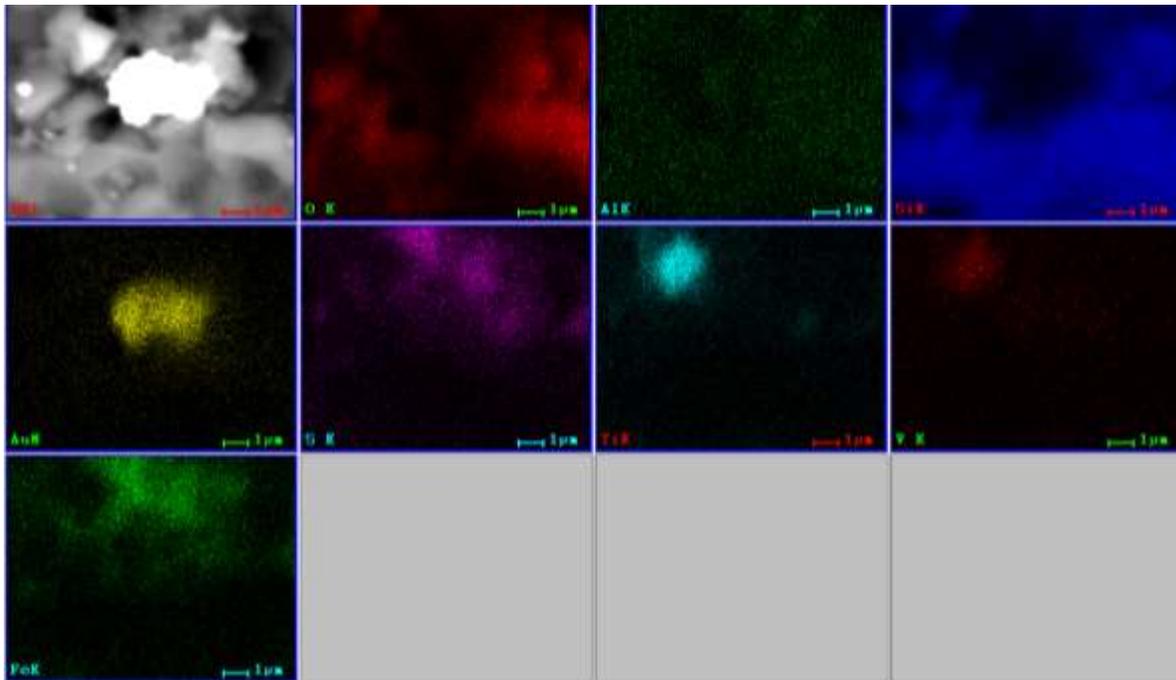


Figura 18. Mapa EDS de distribución de los elementos correspondiente a la Figura 17.

Otra partícula de interés encontrada en la caracterización del residuo, es una partícula que consiste en una combinación de oro ligado al azufre y la plata. Esta partícula se muestra en la Figura 19, y se puede observar que su morfología no es uniforme. Además, se aprecian cavidades, lo que sugiere que parte de la partícula pudo haber reaccionado parcialmente durante el proceso de descomposición oxidativa.

Para complementar el análisis de esta partícula, se realizaron análisis puntuales por EDS y se obtuvo un mapa EDS de la distribución de elementos, como se muestra en la Figura 20. Estos además de revelar la información mencionada anteriormente igual revelan la presencia de vanadio y titanio como el mapeo EDS correspondiente a la partícula de la Figura 17.

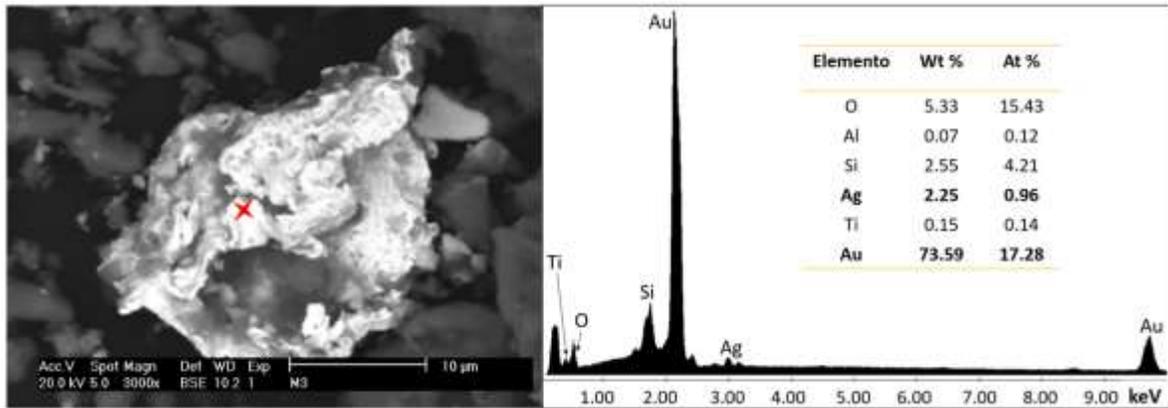


Figura 19. Micrografía y análisis puntual de partícula de Au con poca presencia de Ag de los residuos de la descomposición oxidativa del Mineral 1 (2400 ppm ClO₂, 25°C, 350 rpm, pH-1) correspondiente a la prueba de la Figura 16A.

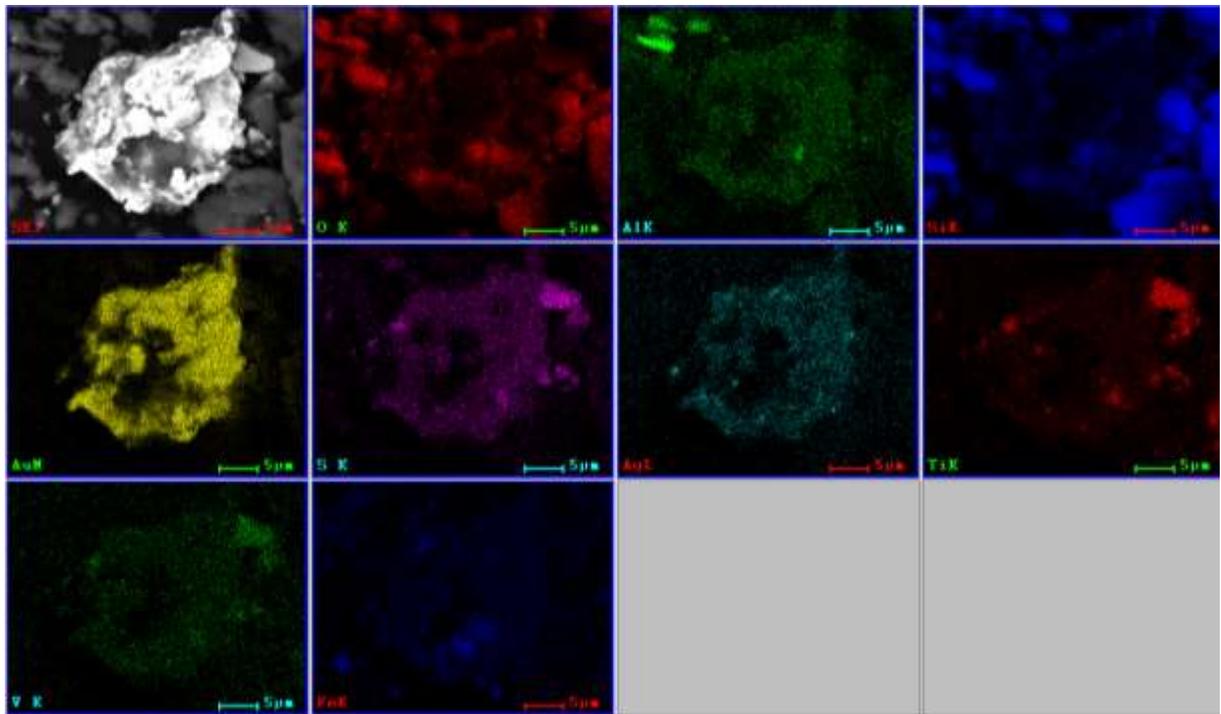


Figura 20. Mapa EDS de distribución de los elementos correspondiente a la Figura 19.

Recordando y considerando la posibilidad de que la formación de una capa pasiva fuera una de las causantes de la inhibición de la reacción, se realizaron análisis puntuales en una

partícula de interés a diferentes voltajes para comprobar o descartar esta posibilidad. En la Figura 21, se puede observar una partícula de oro con presencia de silicio (Si); a medida que el voltaje disminuye, los análisis puntuales de EDS mantienen los mismos elementos presentes, es decir, no se detecta la presencia de nuevos elementos en la partícula. Si existiera una capa pasiva el aumento de voltaje, que aumenta la profundidad del análisis, sería diferente para cada voltaje utilizado.

La disminución en la intensidad de los picos iniciales (Fig. 21B y Fig.21C) se debe a que la penetración del haz de electrones es menor en comparación con un voltaje de 20 kV (Figura 21A). Es importante recordar que cada elemento tiene un límite de voltaje para su detección por el equipo, y a voltajes más bajos, la calidad de la imagen obtenida también se ve comprometida.

Basándonos en estos resultados, podemos afirmar que no se detectó la presencia de nuevos elementos en los análisis puntuales, lo que indica que no hubo formación de una capa pasiva en la partícula. Por lo tanto, se confirma que la inhibición de la reacción se debe a la falta de oxidante, y no a la formación de una capa pasiva en la superficie de la partícula.

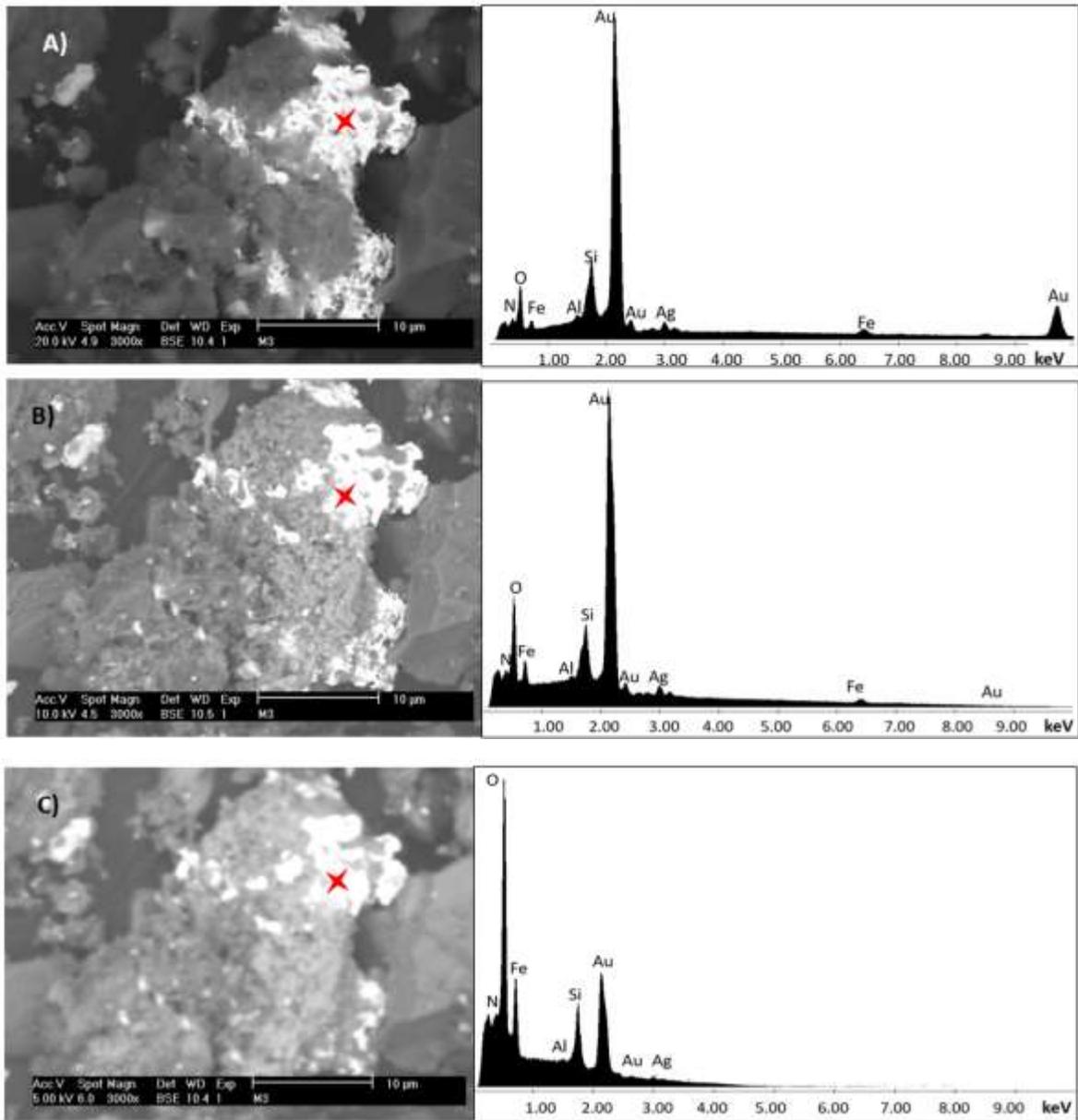


Figura 21. Micrografía y análisis puntual de una partícula de los residuos del Mineral 1 (2400 ppm ClO^- , 25°C , 350 rpm, pH-1) a diferentes voltajes, A) 20 kV, B)10 kV, C)5kV, correspondiente a la prueba de la Figura 15A.

- 4800 ppm ClO^-

Los resultados obtenidos en la Figura 15 indican que, a mayor concentración del oxidante, se obtiene una mayor disolución del telurio. En la Figura 22 se presentan unas partículas encontradas en los residuos finales de la descomposición oxidativa realizada con una concentración de 4800 ppm ClO^- .

En la Figura 22A, se observa una micrografía de una partícula de oro con forma redondeada, que parece no haber sido afectada por el tratamiento. Esto sugiere que esta partícula pudo ser una de aquellas que no reaccionó durante el tiempo de lixiviación. Por otro lado, en la Figura 22B, se muestra otra partícula con una morfología significativamente diferente, lo cual indica que ha experimentado cambios durante el proceso de descomposición oxidativa. Ambas partículas tienen un tamaño superior a $10 \mu m$.

Es importante resaltar que al analizar la composición química de ambas partículas mediante el análisis por EDS se encontró que son muy similares en cuanto a sus elementos químicos. Aunque tienen diferencias en su forma o apariencia, tienen una composición química semejante.

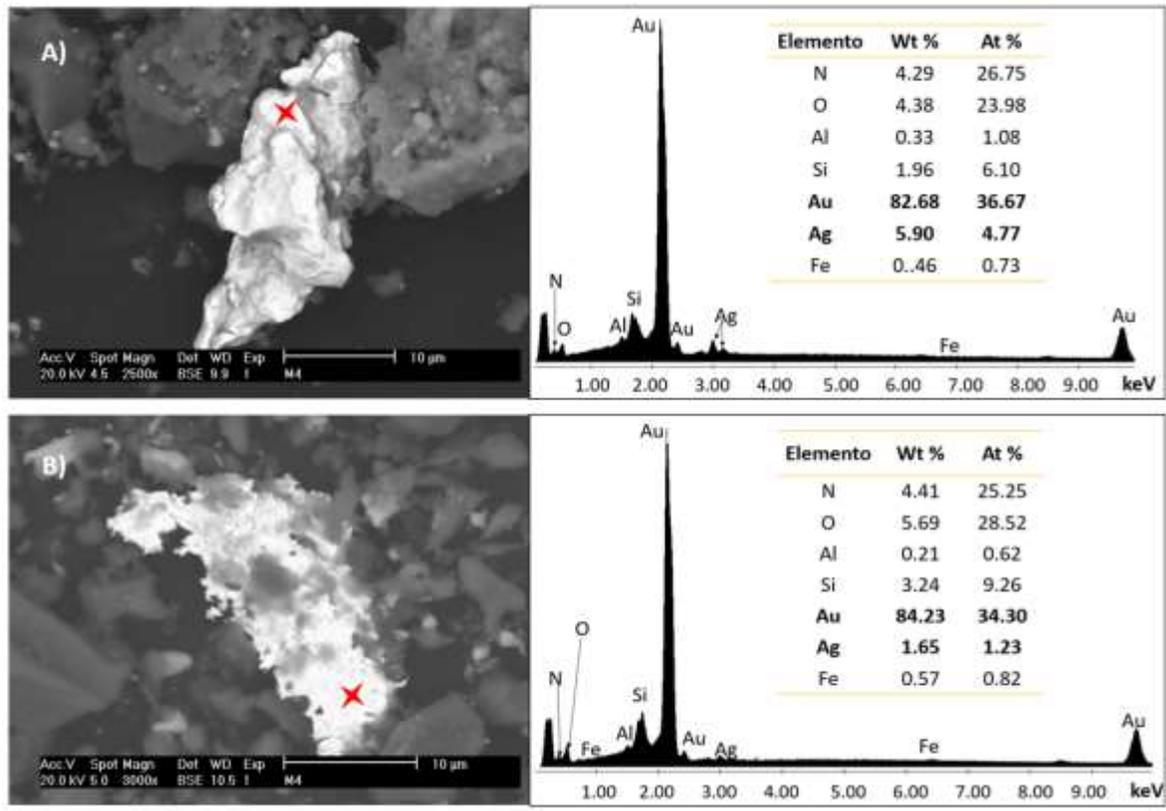


Figura 22. Micrografía y análisis puntual de partículas de interés de los residuos de la descomposición oxidativa del Mineral 1 (4800 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) Sin reaccionar, B) Partícula descompuesta correspondiente a la prueba de la Figura 16B.

Como en esta prueba de 4800 ppm ClO^- la reacción también presenta una inhibición (como en el caso de la concentración de 2400 ppm ClO^-), se realizó también una toma a diferentes voltajes de una partícula de interés, esto para comprobar si hay formación o no de capa pasiva, de no haber formación se le contribuiría la inhibición a la falta del oxidante como fue el caso anterior. La aplicación de diferentes voltajes es apreciada en la Figura 23, retomando lo mencionado en la partícula tratada con 2400 ppm ClO^- a menor voltaje la calidad de la imagen se pierde en el equipo, por ello en la Fig. 24C no se logra apreciar ver la partícula además de que la penetración del haz fue menor que con respecto a 20 kV (Fig. 23A), en los análisis puntuales no se pueden observar la presencia de nuevos elementos solo la disminución de los picos y al igual como se mencionó al inicio.

Dado que en los análisis puntuales no se detectaron nuevos elementos, al igual que en la concentración anterior, se confirma que no se formó una capa pasiva en esta concentración. Por lo tanto, se concluye que la falta de oxidante nuevamente es la causa de la inhibición en el proceso.

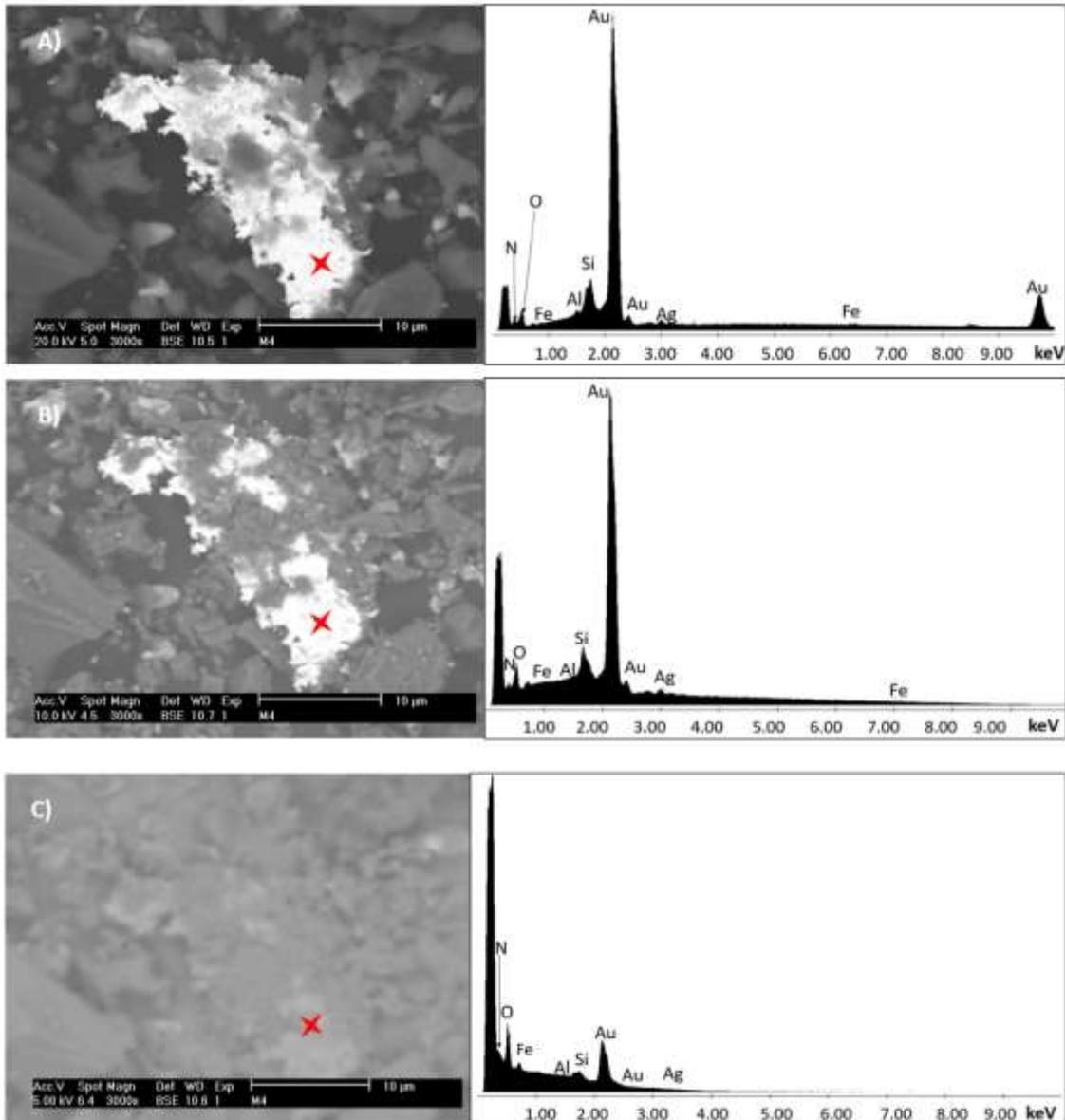


Figura 23. Micrografía y análisis puntual a diferentes voltajes de una partícula de interés de los residuos de la descomposición oxidativa del Mineral 1 (4800 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) 20 kV, B) 10 kV, C) 5kV correspondiente a la prueba de la Figura 15B.

○ 7200 ppm ClO⁻

Finalmente, en la Figura 24 se muestran micrografías de los residuos de las pruebas de oxidación con una concentración mayor del oxidante. Se observa que las partículas analizadas tienen una morfología no uniforme.

En la Figura 24A, se observa una partícula de oro libre, mientras que en la Figura 24B es una partícula de telururo de oro. Esto se confirma mediante el análisis puntual correspondiente. Al igual que en los resultados anteriores, se observó una inhibición de la reacción, lo que podría sugerir una pasivación. Para descartar la presencia de una capa pasiva se analizó la partícula de telururo de oro a dos voltajes diferentes, 20 kV y 10 kV. Es importante mencionar que, a un voltaje inferior a aproximadamente 7 kV, el equipo de emisión de barrido ya no puede detectar la señal del elemento telurio, por lo cual fue analizado solo a 2 diferentes voltajes (Fig. 25A y Fig. 25B).

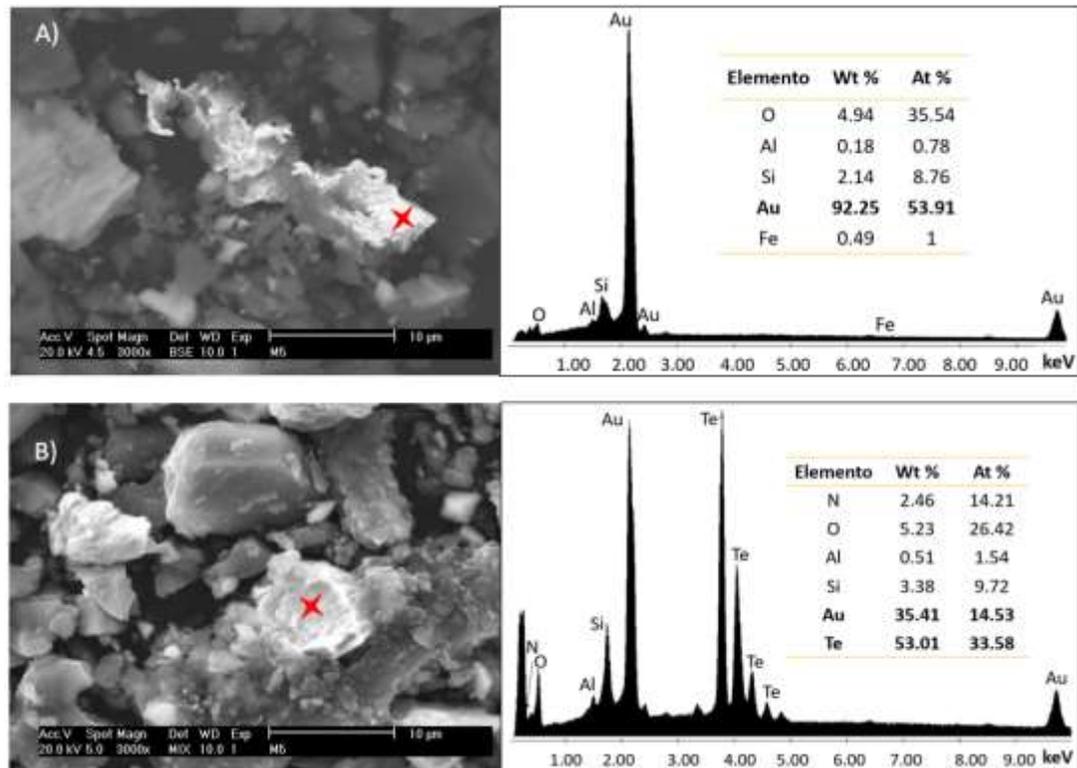


Figura 24. Micrografías y análisis puntuales de partículas de interés de los residuos finales de la descomposición oxidativa del Mineral 1 (7200 ppm ClO⁻, 25°C, 350 rpm, pH-1), A) Oro, B) Telururo de oro, correspondiente a la prueba de la Figura 16C.

Como se observa en los análisis puntuales de las partículas de la Figura 25 a diferentes voltajes, no se pudo detectar la formación de la capa pasiva, así que al igual que en los otros casos el motivo de la pasivación de la reacción podría deberse a la falta de oxidante.

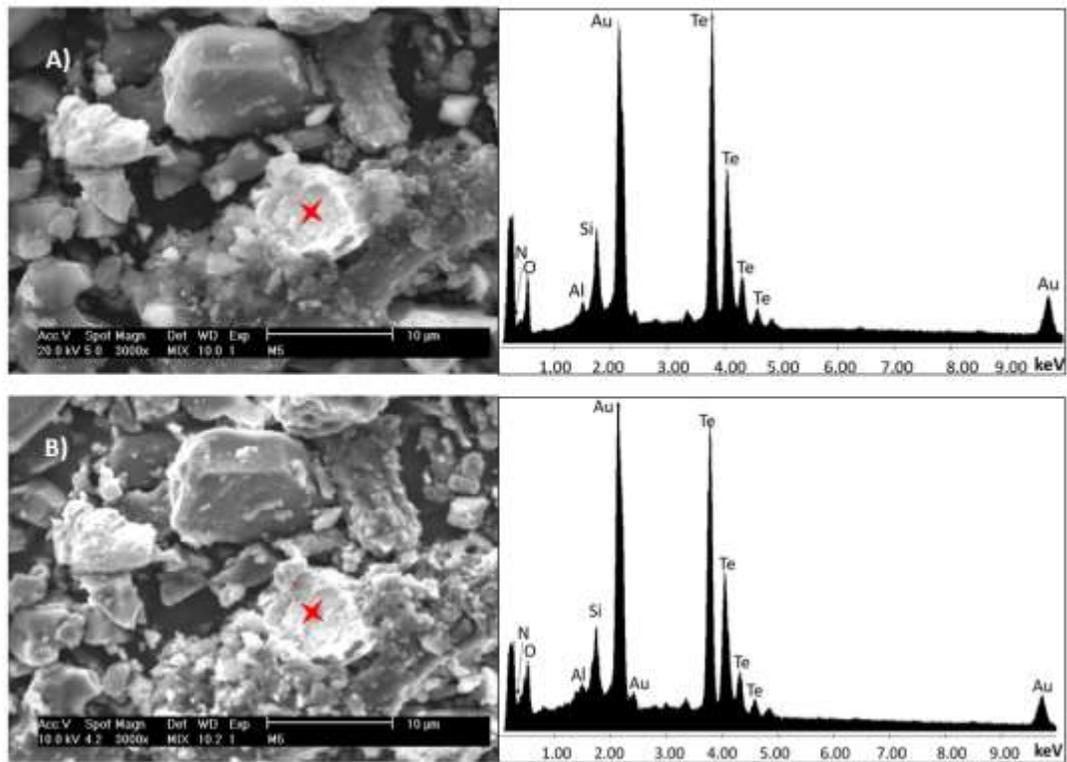


Figura 25. Micrografía y análisis puntual de la partícula de telururo de oro del residuo final de la descomposición oxidativa del Mineral 1 (7200 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) 20 kV, B) 10 kV, correspondiente a la prueba de la Figura 15C.

- **Mineral 2**

En el caso de este mineral, se aplicó únicamente el proceso de cianuración en condiciones industriales (400 ppm CN^- , pH-11), debido a que su contenido de oro no es tan alto. Este mineral tiene un alto contenido de telurio, el cual podría estar ligado a los metales preciosos (Au y/o Ag), o a otros elementos. Realizando la cianuración se comprobó la refractariedad de este Mineral, después de lo cual se realizaron las descomposiciones oxidativas para 3

diferentes concentraciones del oxidante (2400 ppm ClO^- , 4800 ppm ClO^- y 7200 ppm ClO^-), el mismo ambiente ácido (pH-1, HNO_3), velocidad constante de 350 rpm y temperatura constante de 25°C.

El comportamiento presentado fue similar al observado en el Mineral 1; en los perfiles de disolución del telurio (Fig. 26), se aprecia una rápida cinética inicial de disolución de este elemento para las tres diferentes concentraciones. Se observa que el aumento en la concentración del oxidante no favorece de manera apreciable la recuperación final del telurio, manteniéndose los mismos valores a las 3h para las tres concentraciones de oxidante (Figs. 26A, 26B y 26C), y este valor no aumenta al extender el experimento a 5 h (Fig.26A). En los perfiles de plata se puede ver que las disoluciones son bajas (menores al 6%), y como se ha venido mencionado, esto puede ser causado por la precipitación de plata formando cloruro de plata. La formación de este compuesto no sería un problema para la recuperación de la plata, ya que esta especie no es refractaria al cianuro. En los tres casos se tiene una disolución despreciable de oro.

El perfil del ORP presentó el mismo comportamiento en las tres concentraciones de oxidación, al igual que en el Mineral 1, donde se tiene una considerable caída en los primeros 30 minutos, lo que indicaría que el oxidante fue consumido durante la primera media hora. Después de la primera media hora se aprecia que el valor del ORP se mantiene constante.

Dado que los primeros minutos de la oxidación son los minutos en los que se lleva a cabo la mayor parte de la reacción, se siguió el comportamiento del ORP en los primeros treinta minutos de la prueba, y se presentan los perfiles en la Figura 27. Se puede apreciar en esta figura que la caída del ORP tiene el mismo comportamiento pero se presenta en diferentes tiempos con respecto a las tres diferentes concentraciones, siendo la de 2400 ppm ClO^- la que tiene una caída más rápida, aproximadamente en el primer minuto, y a medida que la solución contiene una mayor concentración del oxidante el ORP tiende a presentar una caída más retardada. Una sugerencia para futuras pruebas sería la adición continua de oxidante, para mantener un mayor potencial de oxidación de la solución.

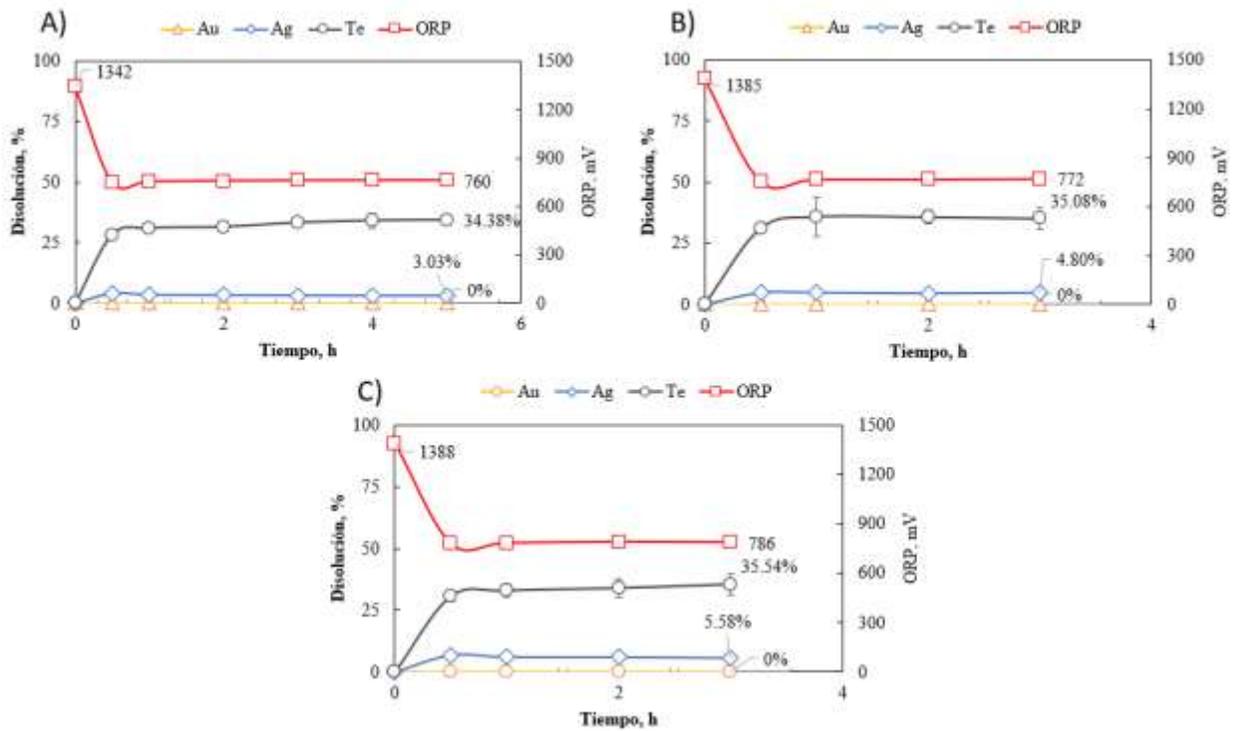


Figura 26. Disolución de Au, Ag, Te a diferentes concentraciones del oxidante en el Mineral 2, a) 2400 ppm ClO⁻, b) 4800 ppm ClO⁻, c) 7200 ppm ClO⁻, 50 g de mineral en 500 mL de solución, 350 rpm, 25°C, pH-1 (HNO₃) y solución abierta a la atmósfera.

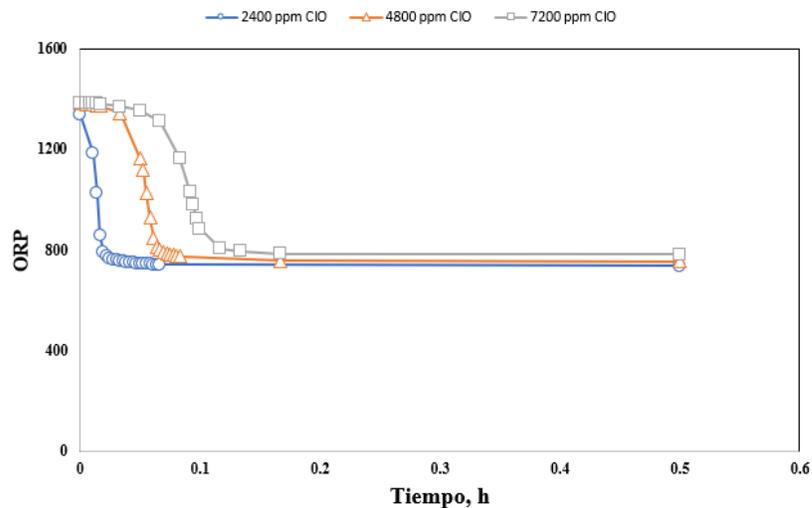


Figura 27. Comportamiento del ORP en las diferentes concentraciones del oxidante aplicado al Mineral 2.

Se observó que el comportamiento de los dos minerales fue similar, es decir, los perfiles de ORP disminuyen en los primeros 30 min pero se puede estimar que el consumo del oxidante se presentó dentro de los primeros 10 min de las pruebas. También se puede observar en ambos casos una cinética rápida de disolución del telurio, presentándose una inhibición posterior de la reacción. La plata se disuelve poco, por su posible precipitación como cloruro de plata, mientras que en el Au se tuvo una casi nula disolución.

- **DRX**

El Mineral 2, muestra resultados de difracción de rayos X similares al Mineral 1, es decir, no hay diferencia en los difractogramas, con respecto al mineral fresco, al aumentar la concentración del oxidante. Esto se puede ver en las Figuras 28A, 28B y 28C.

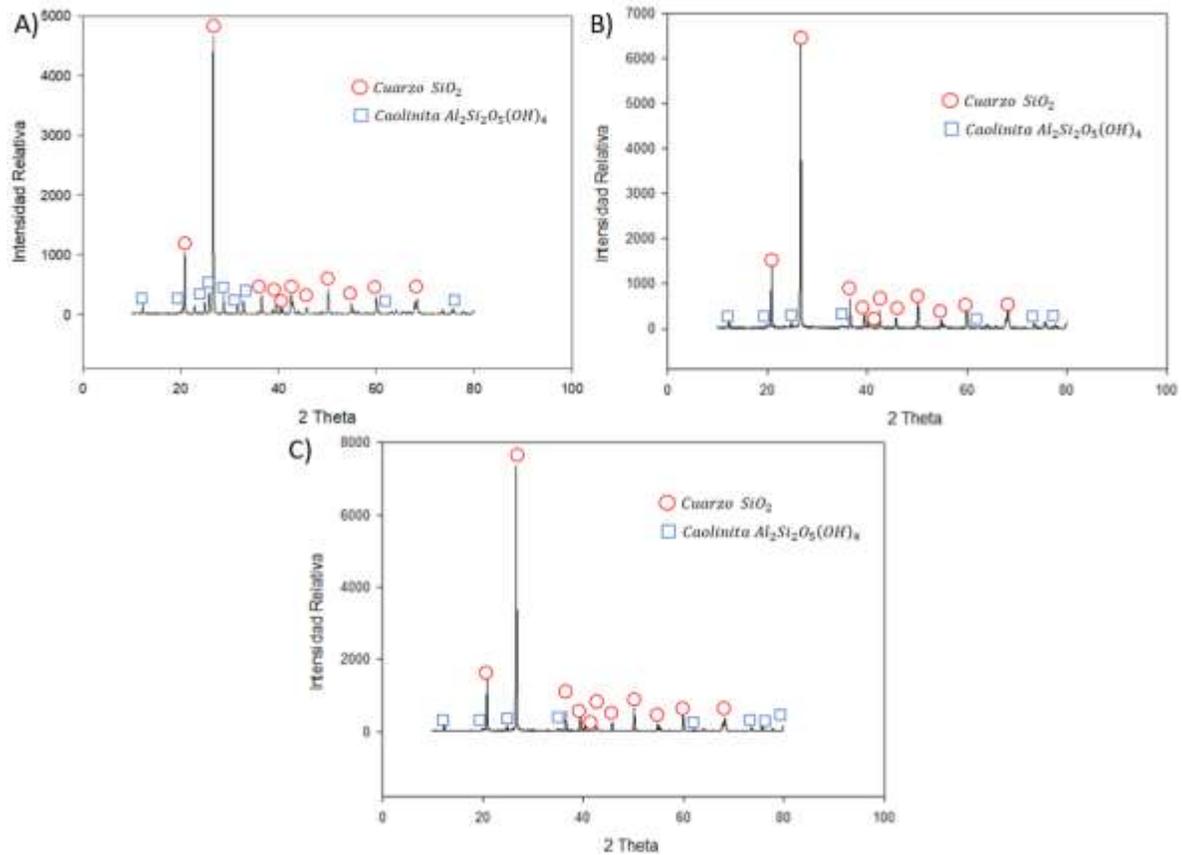


Figura 28. Patrones de DRX en el Mineral 2(A) Fresco, (B) residuo del pretratamiento 4800 ppm ClO^- , (C) residuo del pretratamiento 7200 ppm ClO^- .

- **MEB**
 - **2400 ppm ClO^-**

Los residuos finales fueron caracterizados en el MEB; las partículas mostradas en la Figura 29 corresponden a una partícula que contiene plata (Fig.29A) y una partícula que contiene oro (Fig.29B). La partícula de plata muestra una morfología no uniforme, presentando picos y/o bordes irregulares (Fig.29A), mientras que la partícula de oro presenta una morfología más uniforme, sugiriendo que esta partícula no ha reaccionado. Estas imágenes son complementadas con su respectivo análisis puntual, y al igual que en el Mineral 1, se analizó una partícula a diferentes voltajes para corroborar si hubo formación de capa pasiva o el causante de que la reacción empezara a inhibirse fuera por la falta de oxidante (Fig. 30).

Con el análisis puntual podemos observar en ambas partículas presencia de oxígeno (Fig. 29), por lo que estas partículas podrían ser óxidos, o en su defecto, el oxígeno detectado podría ser de las partículas que se encuentran alrededor de las analizadas.

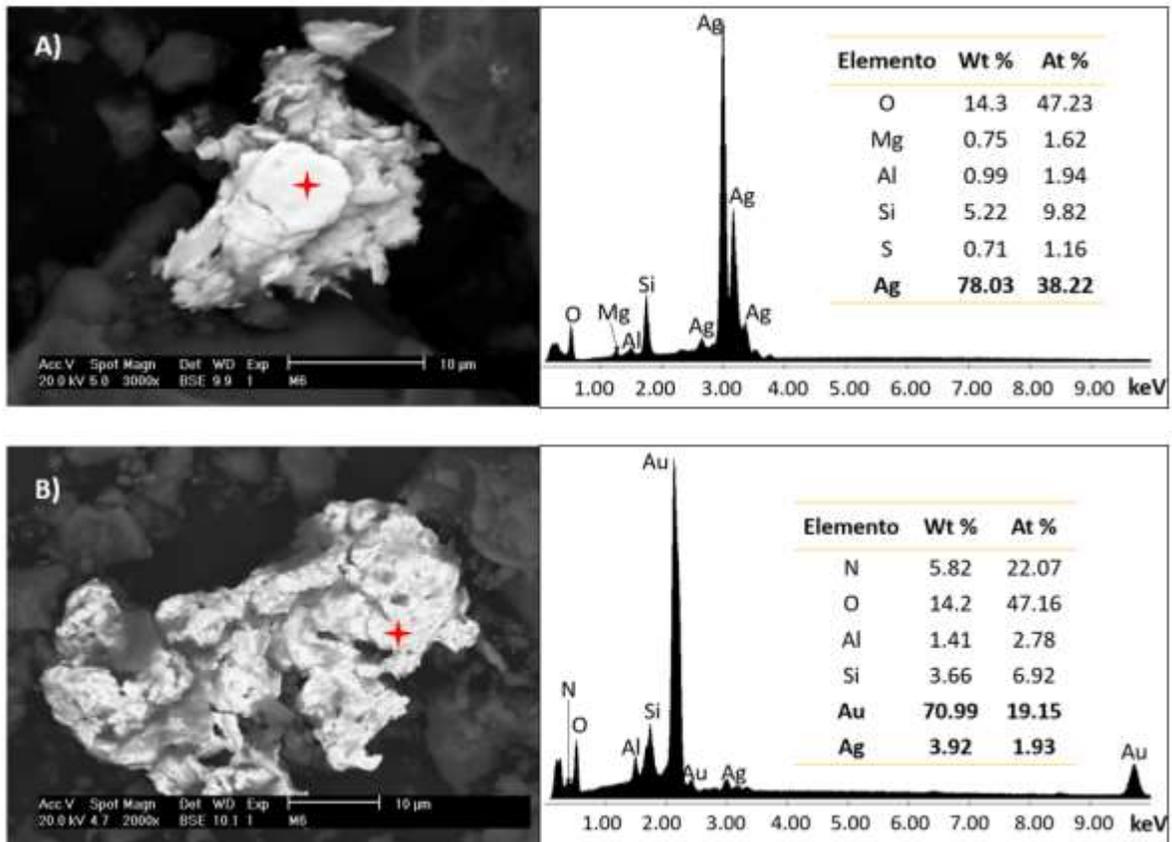


Figura 29. Micrografías y análisis puntuales de partículas de interés de los residuos finales la descomposición oxidativa del Mineral 2 (2400 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) Plata, B) Oro, correspondiente a la prueba de la Figura 26A.

Con respecto al cambio de voltaje (Fig.30), no se observan cambios en los análisis puntuales como se ha venido comentando desde el análisis del Mineral 1, esto quiere decir que en este mineral a esta concentración del oxidante no hubo formación de capa pasiva, por lo que la causa de la inhibición de la reacción debe de ser otro factor, tal como el consumo del

oxidante. En los análisis puntuales se puede observar que en la partícula de oro (Fig. 29B) también hay una muy baja presencia de plata.

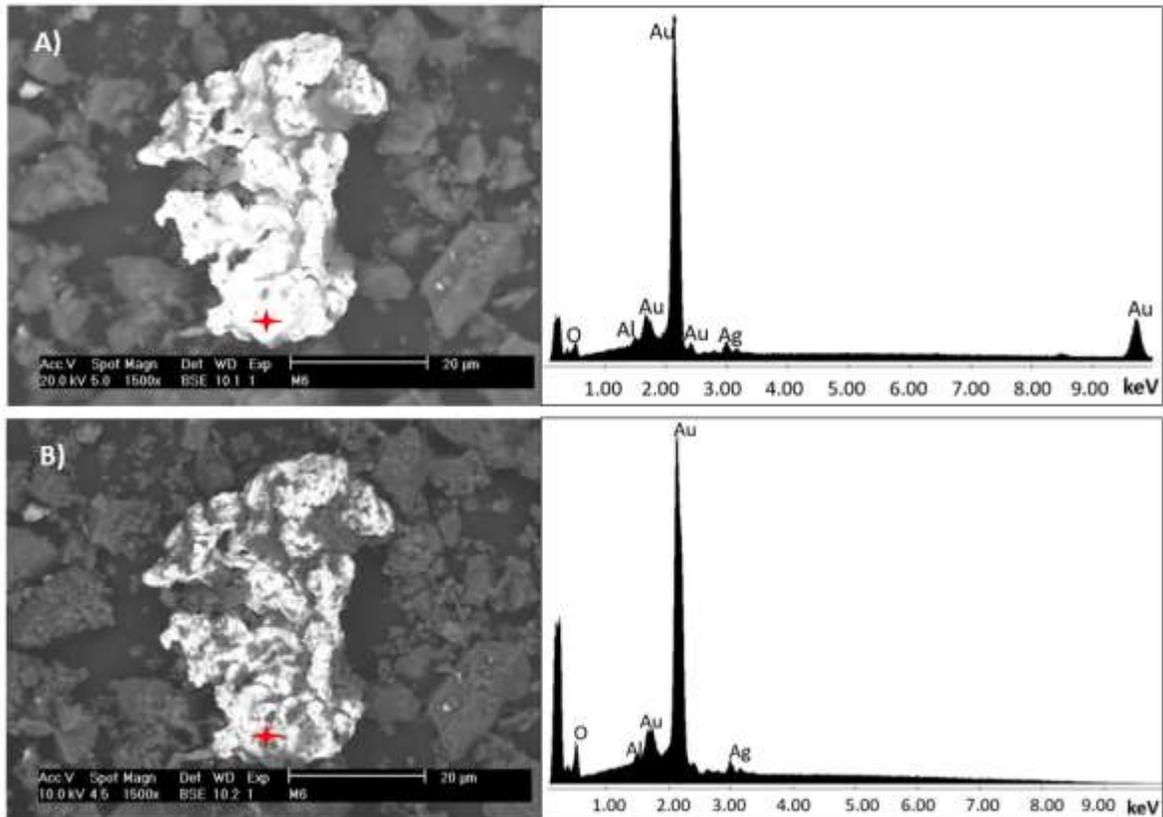


Figura 30. Micrografía y análisis puntual de partícula de oro del residuo final de la descomposición oxidativa del Mineral 2 a diferentes voltajes (2400 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) 20 kV, B) 10 kV, correspondiente a la prueba de la Figura 26A.

○ 4800 ppm ClO^-

Las partículas presentes en los residuos de la descomposición oxidativa con 4800 ppm ClO^- se muestran en la Figura 31. En la Figura 31A, se puede observar la presencia de una partícula de plata con pequeñas porosidades, lo que sugiere que la partícula estaba comenzando a reaccionar en el proceso de descomposición oxidativa. Por otro lado, en la Figura 31B, se puede apreciar una partícula de telurio con láminas transversales y cierto desprendimiento de

la misma, lo que indica que esta partícula también estaba en proceso de reacción. Además, mediante el análisis del mapa EDS de la composición de elementos (Fig. 32), se determinó que la partícula de telurio está compuesta por telururo de plomo y está ligada al manganeso.

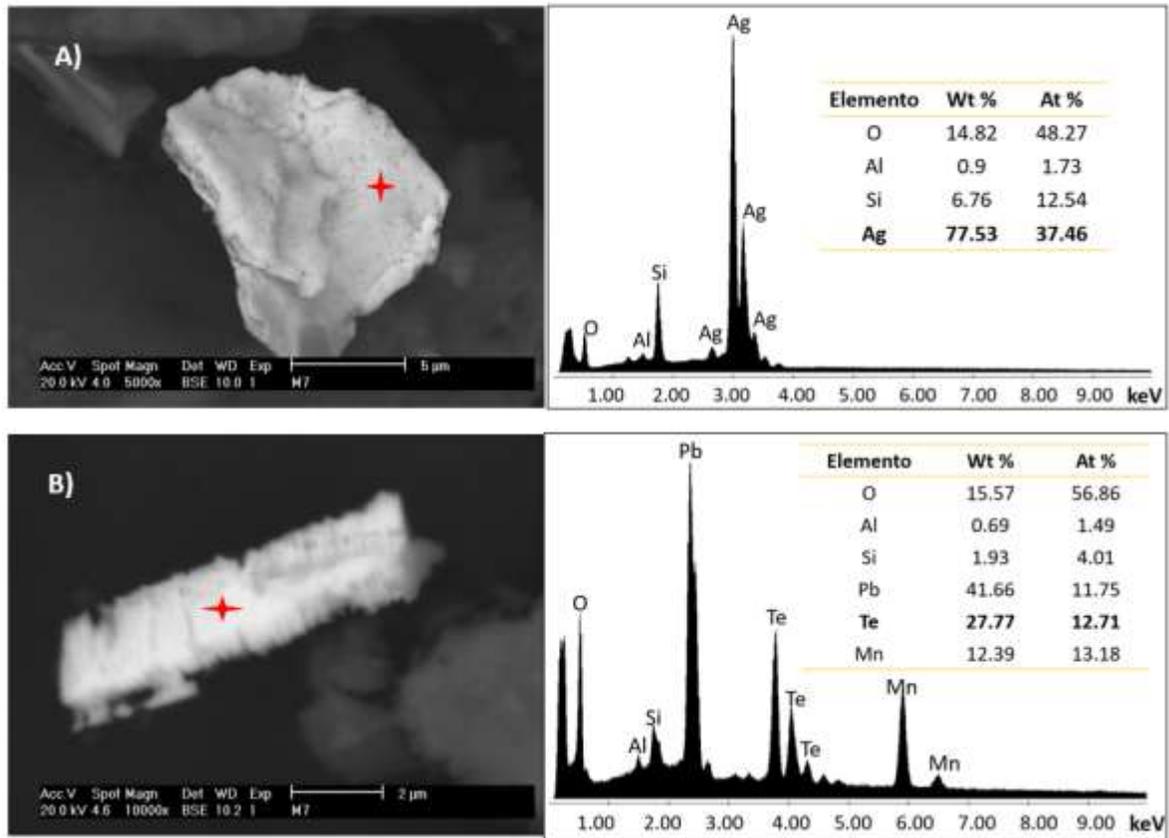


Figura 31. Micrografías y análisis puntuales de partículas de interés de los residuos finales la descomposición oxidativa del Mineral 2 (4800 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) Plata, B) Telurio, correspondiente a la prueba de la Figura 26B.

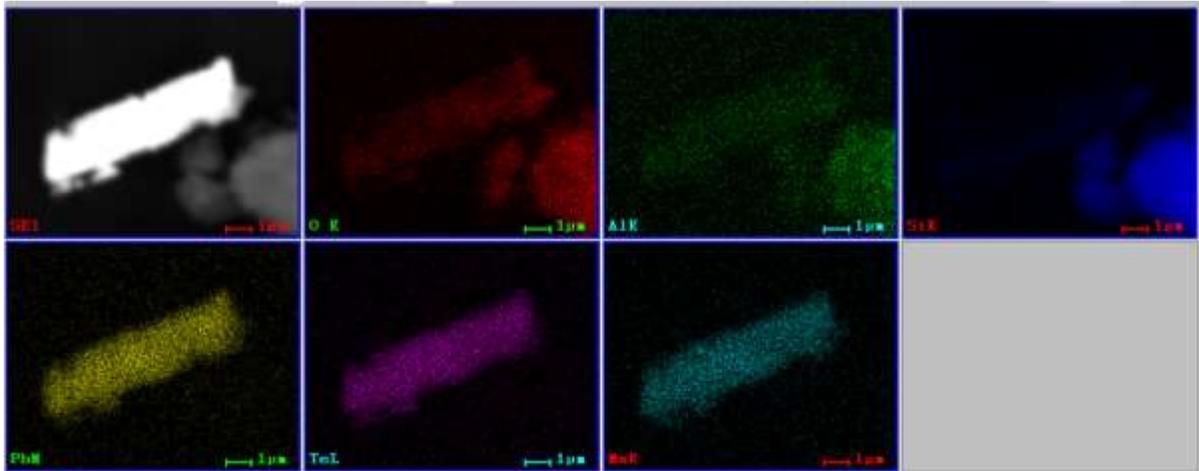


Figura 32. Mapa EDS de distribución de los elementos de la partícula de los residuos de la Figura 31B.

Continuando con el enfoque utilizado a lo largo de este estudio para comprobar la presencia de una capa pasiva, se realizaron pruebas con diferentes voltajes para esta concentración de oxidante. Como se muestra en la Figura 33, no se observaron cambios en los análisis puntuales (no se detectaron nuevos elementos), lo que indica que no se formó una capa pasiva en este caso, por lo que se concluye que la inhibición del proceso no fue causada por la presencia de una capa pasiva, al igual que se observó en la concentración anterior y en toda la caracterización del Mineral 1.

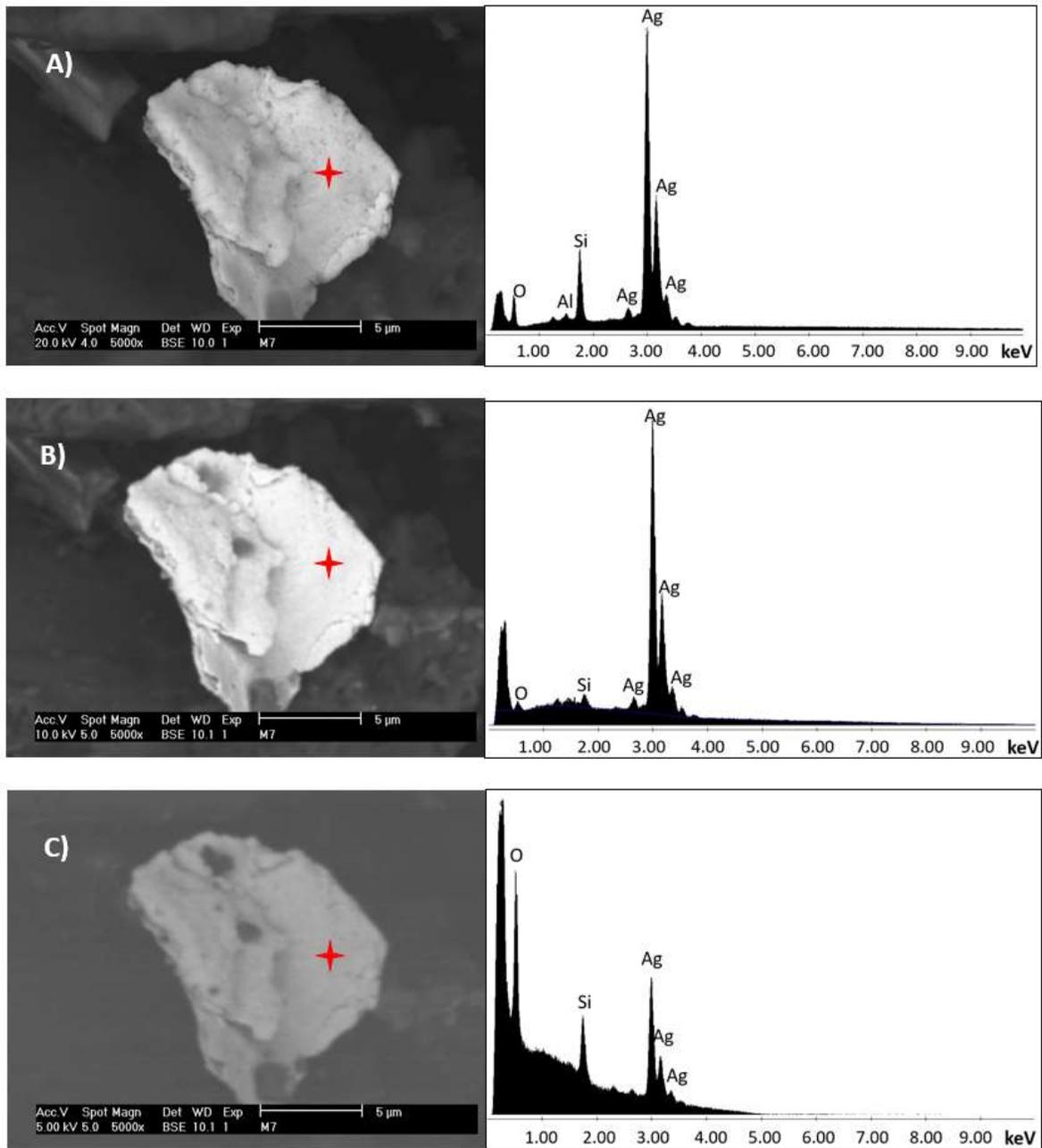


Figura 33. Micrografía y análisis puntual de partícula de Ag de los residuos de la descomposición oxidativa del Mineral 2 (4800 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1) a diferentes voltajes, A) 20 kV, B) 10 kV, C) 5kV, correspondiente a la prueba de la Figura 26B.

○ 7200 ppm ClO^-

Se caracterizaron los residuos de la descomposición oxidativa realizada al Mineral 2 con una concentración de 7200 ppm ClO^- . En la Figura 34, se muestra una partícula de cloruro de plata (Fig. 34A) con una morfología rugosa y porosa. En esta partícula se observa la presencia de telurio, lo que sugiere que inicialmente era un telururo de plata. Se puede proponer que, durante la reacción, el telurio se disolvió y la plata liberada formó el cloruro de plata, el cual es una especie que ya es cianurable. En la Figura 34B se encuentra una partícula de telururo de plata.

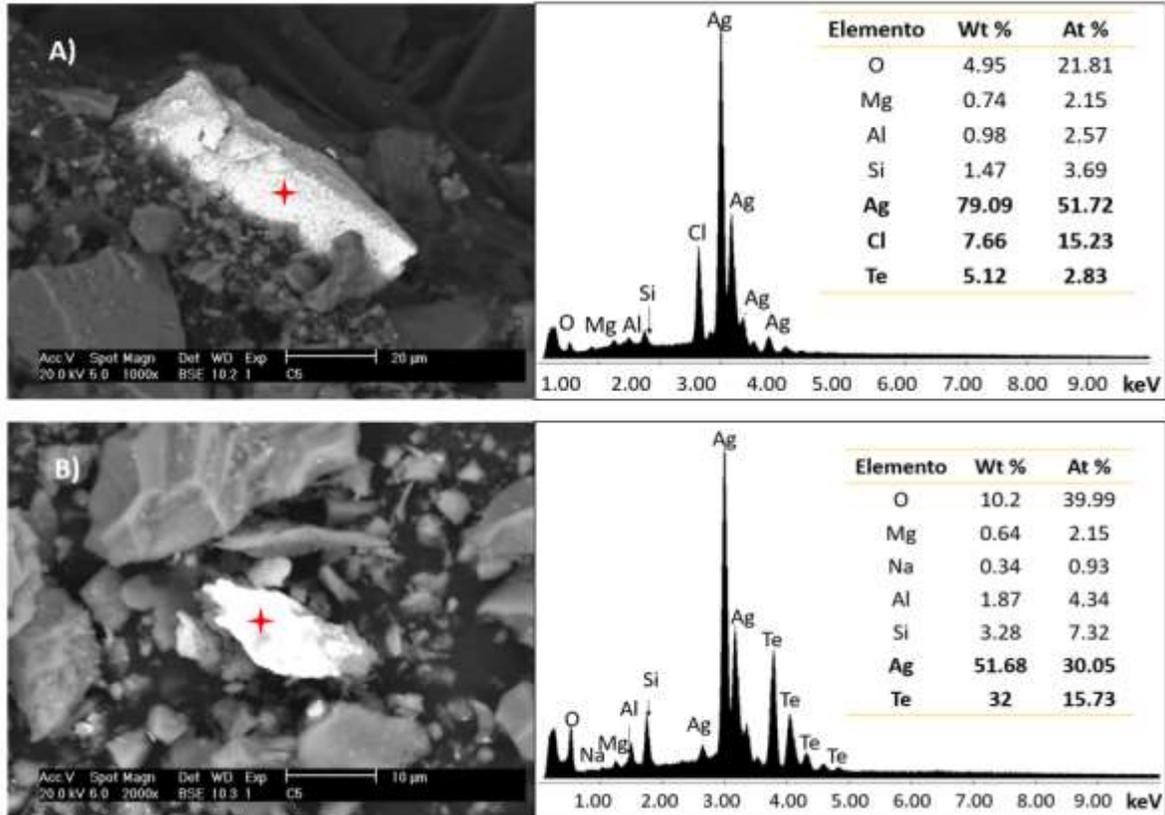


Figura 34. Micrografías y análisis puntuales de partículas de interés de los residuos finales de la descomposición oxidativa del Mineral 2 (7200 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1), A) Cloruro de plata, B) Telururo de plata, correspondiente a la prueba de la Figura 26C.

Se caracterizaron los residuos a dos voltajes diferentes (Figura 35), y se encontró que, al igual que en las concentraciones anteriores, no se observó la formación de una capa pasiva.

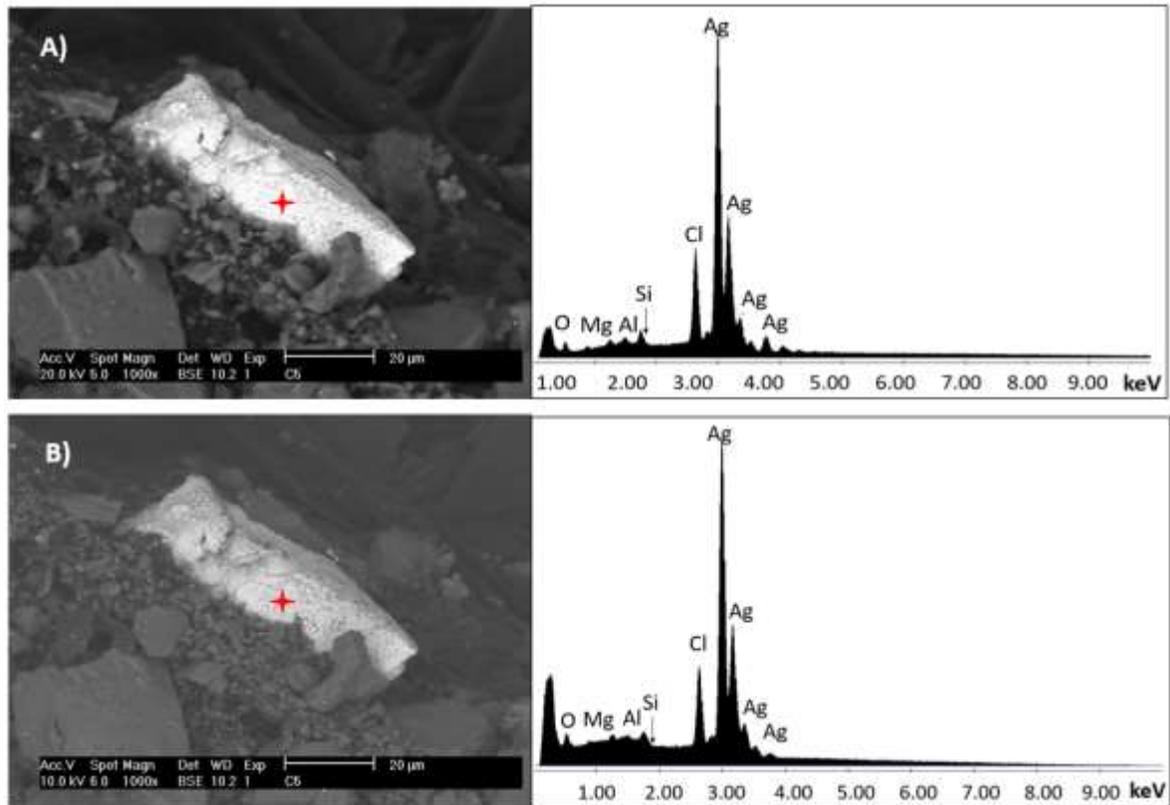


Figura 35. Micrografía y análisis puntuales de partícula de cloruro de plata de los residuos de la descomposición oxidativa del Mineral 2 (7200 ppm ClO^- , 25°C, 350 rpm, pH-1) a diferentes voltajes, A) 20 kV, B) 10 kV, correspondiente a la prueba de la Figura 26C.

En la búsqueda de la causa de la inhibición de la reacción, y ya que no se pudo demostrar la presencia de una capa pasiva, se enviaron las soluciones finales filtradas para su análisis químico utilizando la técnica de ICP. El objetivo era identificar los elementos disueltos durante el proceso de descomposición oxidativa. Los resultados obtenidos se resumen en la Tabla 7, donde se detallan las composiciones de las soluciones finales de la oxidación.

Recordando los resultados obtenidos de las descomposiciones oxidativas de los minerales en las Figuras 15 y 26, se observó que las reacciones tienen una cinética inicial rápida, pero en ambos casos se llega a una inhibición. En la Tabla 7 se puede apreciar la presencia de plomo en la solución, lo que se considera como un factor relevante debido a que se trabajó en un medio con ácido nítrico (HNO_3), y se sabe que el nitrógeno presente en la solución puede reaccionar con el plomo del mineral, formando la especie nitrato de plomo ($Pb(NO_3)_2$), como se muestra en el diagrama de distribución de especies de la Figura 36. El nitrato de plomo es ampliamente utilizado para mejorar los procesos de cianuración de la plata (Deschênes *et al.*, 2011) y en investigaciones recientes se ha implementado su uso en el mejoramiento en la cianuración de telururos de oro (Pérez-García, 2016).

Pérez-García (2016) menciona que, en la cianuración del oro, la adición del nitrato de plomo tiene un efecto catalítico ocasionando que la recuperación del oro incremente, pero si el plomo está en forma iónica este tiene un efecto contraproducente sobre la disolución del metal, ocasionando que la disolución del metal precioso se detenga. Por lo cual el plomo disuelto puede ocasionar desde la cinética rápida o en su defecto la inhibición del proceso, por lo tanto, es importante investigar y comprender el efecto del nitrato de plomo en la descomposición oxidativa de telururos en un medio ácido, utilizando especies sintéticas. Esto permitirá determinar si la presencia de plomo disuelto puede afectar la cinética de la reacción o incluso inhibirla. Estos hallazgos serán relevantes para comprender mejor el comportamiento de los telururos y optimizar los procesos de descomposición oxidativa en condiciones ácidas.

Es interesante mencionar la presencia del bario en el Mineral 1 y considerar su posible influencia en la inhibición de la reacción. Sin embargo, como se ha observado que el sulfato de bario es un compuesto muy estable, tal como se muestra en el diagrama de distribución de especies de la Figura 37, se puede descartar su participación como causante de la inhibición. Es importante tener en cuenta estos resultados para enfocar la investigación en otros elementos que podrían estar involucrados en el proceso de inhibición.

A lo largo de esta tesis se ha venido mencionando que la reacción pudo ser inhibida por la formación de una capa pasiva y/o en su defecto falta de oxidante, recordando que en la

cianuración existen elementos cianicidas, los cuales son aquellos que se consumen el cianuro, en esta reacción pueden existir especies similares, *i.e.* especies que consuman al oxidante antes que cumpla el objetivo principal de romper los enlaces químicos existentes de los telururos. Por esta razón en las soluciones finales fueron analizados algunos elementos que podrían haberse disuelto por la oxidación de alguna especie (consumiendo el oxidante), tales como el hierro y el cobre.

Tabla 7. *Composición química de los residuos líquidos finales de la descomposición oxidativa de los minerales industriales.*

	Fe (ppm)	Pb (ppm)	Cu (ppm)	Pd (ppm)	Pt (ppm)
Mineral 1 2400 ppm ClO⁻	596	0.052	2.205	<0.20	<0.10
Mineral 1 4800 ppm ClO⁻	170.66	0.032	1.769	<0.20	<0.10
Mineral 1 7200 ppm ClO⁻	195.16	<0.025	1.836	<0.20	<0.10
Mineral 2 2400 ppm ClO⁻	245.91	15.04	4.43	<0.20	<0.10
Mineral 2 4800 ppm ClO⁻	234.99	13.24	5.975	<0.20	<0.10
Mineral 2 7200 ppm ClO⁻	148.91	12.74	7.304	<0.20	<0.10

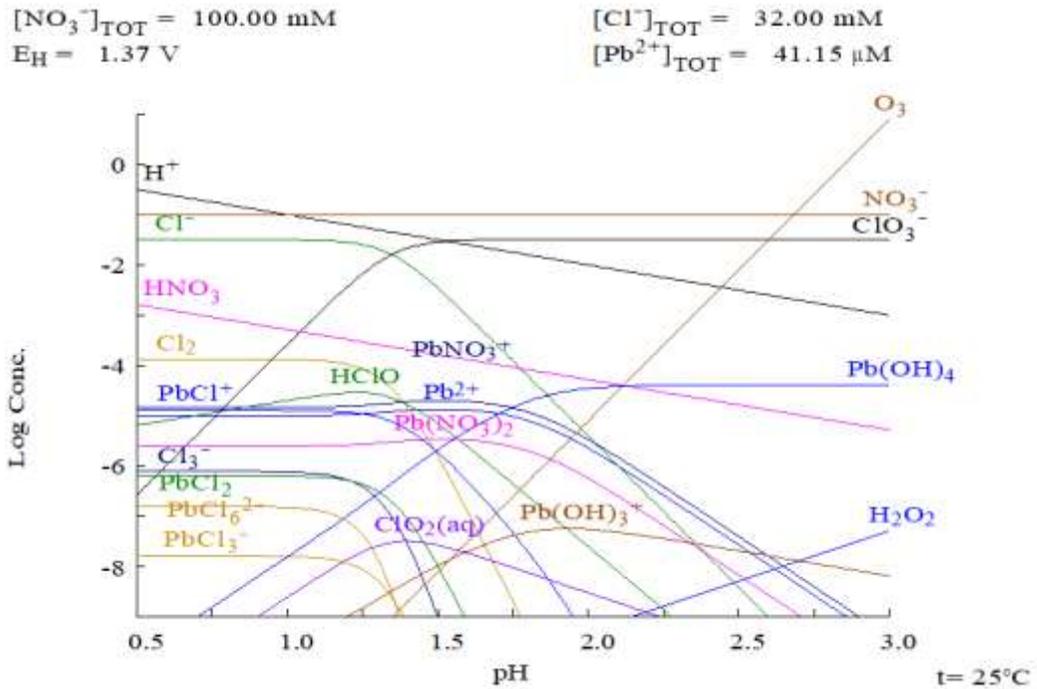


Figura 36. Diagrama de distribución de especies de un sistema $\text{Pb-NO}_3\text{-Cl-H}_2\text{O}$

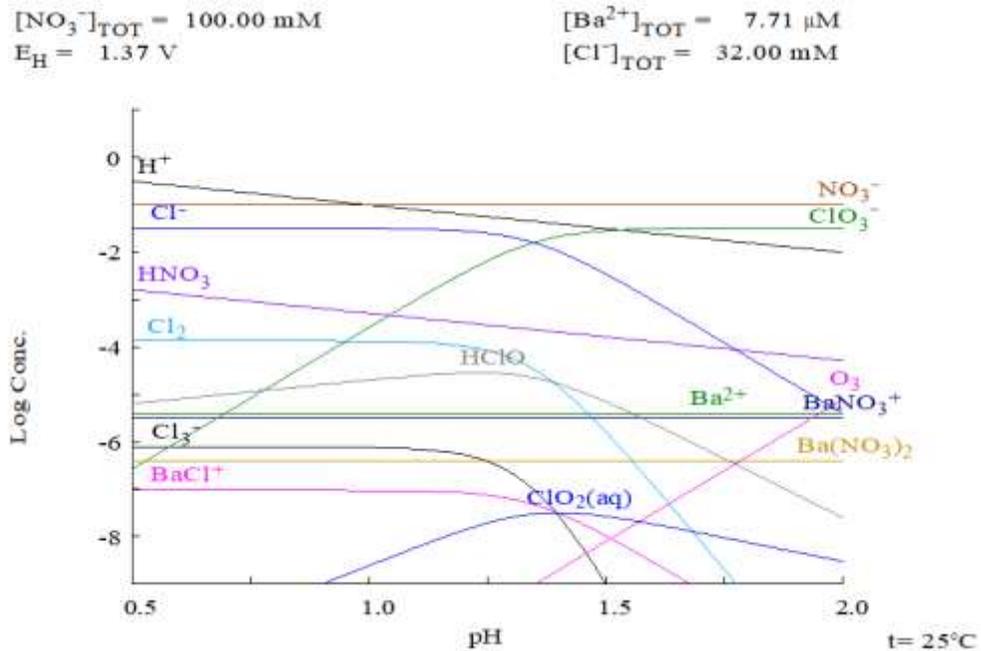


Figura 37. Diagrama de distribución de especies de un sistema $\text{Ba-NO}_3\text{-Cl-H}_2\text{O}$

6.4 Cianuración posterior al pretratamiento oxidativo del Mineral industrial 1

El Mineral seleccionado para la aplicación de la cianuración posterior a la descomposición oxidativa con hipoclorito fue el Mineral 1, debido a su alta concentración de oro.

Una vez que el mineral fue lavado y secado, se procedió a realizar la cianuración con exceso de cianuro (1500 ppm CN^-). Los perfiles de disolución de los metales preciosos en la cianuración aplicada después del pretratamiento realizado al Mineral 1 se presentan en la Figura 38.

Comparando la disolución del oro obtenida en la cianuración convencional, la cual ya fue reportada en el apartado 6.2 y la Figura 13B (ahora Figura 38A), con la cianuración realizada a los sólidos sometidos a la descomposición oxidativa con hipoclorito de sodio a diferentes concentraciones, se tiene la Figura 38. Se puede observar un incremento en la disolución de oro conforme el pretratamiento se realizó con una mayor concentración del oxidante. Cabe recordar que, al aumentar la concentración de oxidante en la descomposición oxidativa, se tiene un incremento en la disolución de telurio lo que indicaría que la descomposición del telururo se ha realizado.

Con la cianuración de los residuos del Mineral 1 tratado con 2400 ppm ClO^- se obtiene una recuperación de oro de 48.04% (Fig.38B) mientras que de la plata se obtiene un 60.53% y se observa una disolución mínima de telurio (1.35%).

Para la cianuración del mineral tratado con 4800 ppm ClO^- se tiene una recuperación de oro de 57.05% de oro, 63.16% de plata y 1.53% de telurio (Figura 38C), mientras que para el mineral tratado con 7200 ppm ClO^- se tiene un 60.27% de recuperación de oro, un 63.15% de recuperación de plata y un 0.91% de recuperación de telurio (Fig.38D).

En todas las cianuraciones (la del mineral fresco y la de los minerales tratados con tres concentraciones de oxidante), los perfiles de disolución de oro y plata muestran una cinética de disolución rápida en la primera media hora, pero la concentración los metales en solución se mantiene prácticamente constante, indicando que la reacción fue inhibida. En el caso del

elemento telurio su cinética de disolución es lenta además de ser una casi nula disolución en los tres residuos tratados con cianuro después de la aplicación de la descomposición oxidativa.

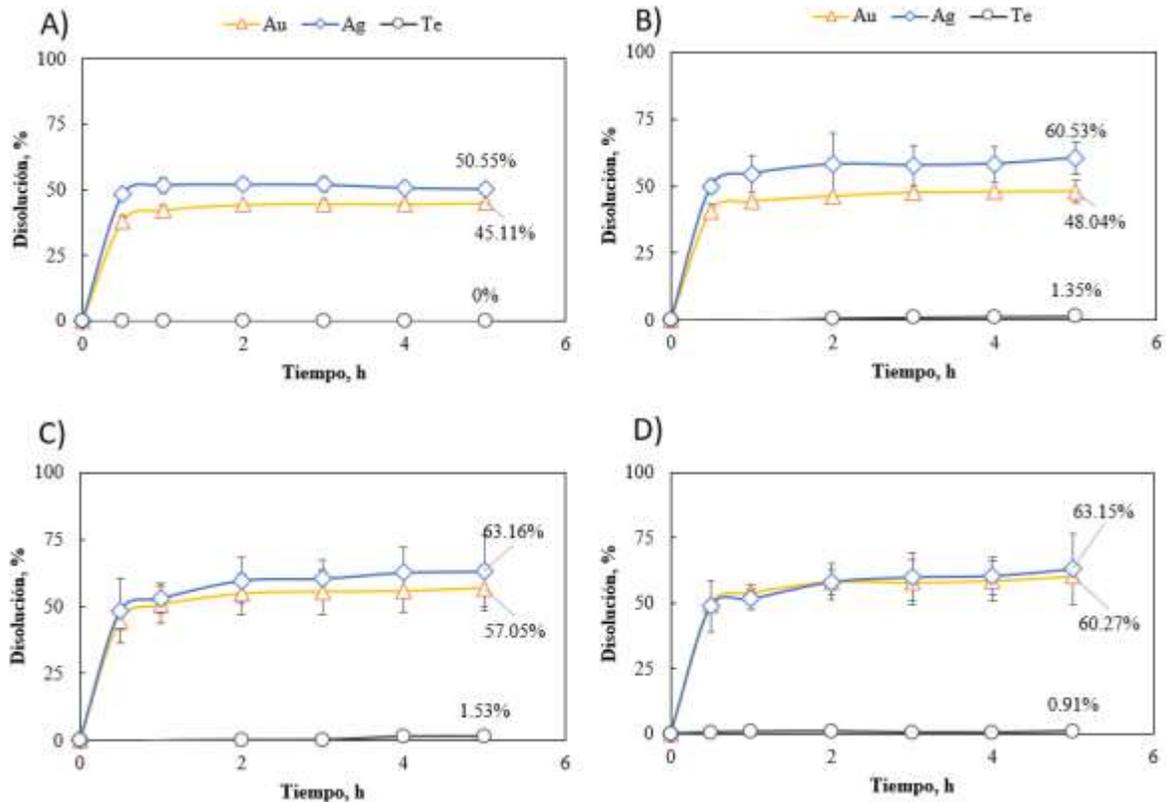


Figura 38. Recuperación de metales preciosos en la cianuración posterior al pretratamiento aplicado en el Mineral 1, A) Sin pretratamiento, únicamente 1500 ppm CN⁻, B) 2400 ppm ClO⁻/1500 ppm CN⁻, C) 4800 ppm ClO⁻/1500 ppm CN⁻, D) 7200 ppm ClO⁻/1500 ppm CN⁻.

Cabe aclarar que las recuperaciones de metales presentadas en la Figura 38B, 38C y 38D son las correspondientes únicamente al proceso de cianuración. Dado que en el tratamiento oxidativo también hubo disolución de estos metales, para obtener los valores finales de las disoluciones se deben considerar los porcentajes de disolución obtenidos tanto en el pretratamiento como en la cianuración posterior. En otras palabras, los resultados de ambas etapas deben ser sumados. En la Tabla 8 se presenta un resumen de los resultados de disolución de los metales en la descomposición oxidativa y en la cianuración, lo que da como resultado final una mayor disolución de los elementos mencionados anteriormente en la Figura 38.

Tabla 8. Recuperación final de los elementos de interés considerando el porcentaje en la descomposición oxidativa y en la cianuración.

	2400 ClO^- /1500 CN^-	4800 ClO^- /1500 CN^-	7200 ClO^- /1500 CN^-
%Au Oxidación	0	0.05	0.04
%Au Cianuración	48.29	57.05	60.27
%Au Total	48.29	57.1	60.31
%Ag Oxidación	2.98	4.97	6.12
%Ag Cianuración	60.53	63.16	63.15
%Ag Total	63.51	68.13	69.27
%Te Oxidación	19.09	28.89	33.06
%Te Cianuración	1.35	1.53	0.91
%Te Total	20.54	30.42	33.97

Observando los resultados de las disoluciones del oro y la plata, se puede concluir que aún se consideran minerales refractarios debido a que la recuperación obtenida se encuentra por debajo del 95%. Esto puede ser atribuido a la presencia de elementos cianicidas en la muestra, así como a la falta de disolución completa del telurio, lo que indica que aún existen partículas donde el oro y la plata están químicamente ligados al telurio. Estas interacciones pueden dificultar la extracción completa de los metales preciosos y afectar la eficiencia del proceso de recuperación.

La Figura 39 muestra una comparación en el aumento del oro disuelto desde la cianuración sin pretratamiento y cianuración con pretratamiento; se observa que el aumento fue de 7.05% (Fig.39A), 27.62% (Fig.39B), 35.82% (Fig.39C). Es importante destacar que la mayor concentración del oxidante (7200 ppm ClO^-) mostró el mejor comportamiento en términos de disolución del oro en la cianuración posterior. Estos resultados indican que el pretratamiento con una mayor concentración de oxidante puede mejorar significativamente la disolución del oro en el proceso de cianuración.

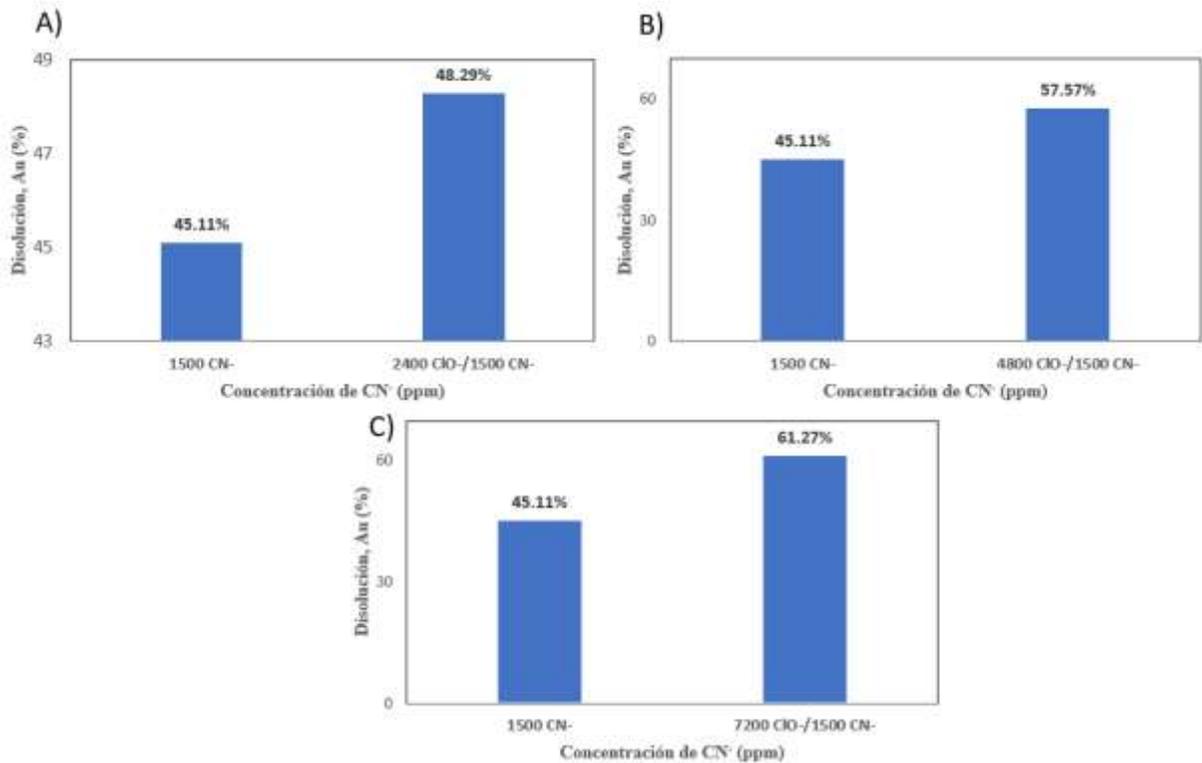


Figura 39. Comparativa en la disolución del oro en la cianuración sin pretratamiento y con pretratamiento en el Mineral 1.

Retomando los resultados obtenidos de las Figuras 15 y 26, se observa que la disolución del telurio no alcanzó el 100%, lo que sugiere que todavía pueden existir partículas de oro y plata que están químicamente ligadas al telurio. Estas partículas se pueden apreciar en la Figura 40.

Se analizaron los sólidos remanentes después del proceso de cianuración a los minerales pretratados utilizando microscopía electrónica de barrido. La primera partícula mostrada (Fig. 40A) es la de un telururo de oro, esto puede ser verificado en el análisis EDS. Se aprecia en la Figura 40A que la morfología de esta partícula no es uniforme además de que se aprecia los bordes de la partícula irregulares; esta partícula no sobrepasa las 10 μm . La segunda partícula es una partícula de calaverita (Fig.40B) en donde se aprecia que su tamaño es superior a los 10 μm y los bordes de la partícula no muestran irregularidades en los bordes como es el caso de la primera partícula. En el caso del telururo de plata, la tercera partícula,

se observa que su tamaño no sobrepasa los $2 \mu\text{m}$ además de que se aprecia como si fuera este otro caso de partícula que no reaccionó en el pretratamiento ni en la cianuración, aunque es detectada una baja presencia de cloro, por lo tanto, se puede pensar que esta partícula no reaccionó completamente en la descomposición oxidativa, y al ser un telururo en la cianuración ya no pudo reaccionar en la cianuración.

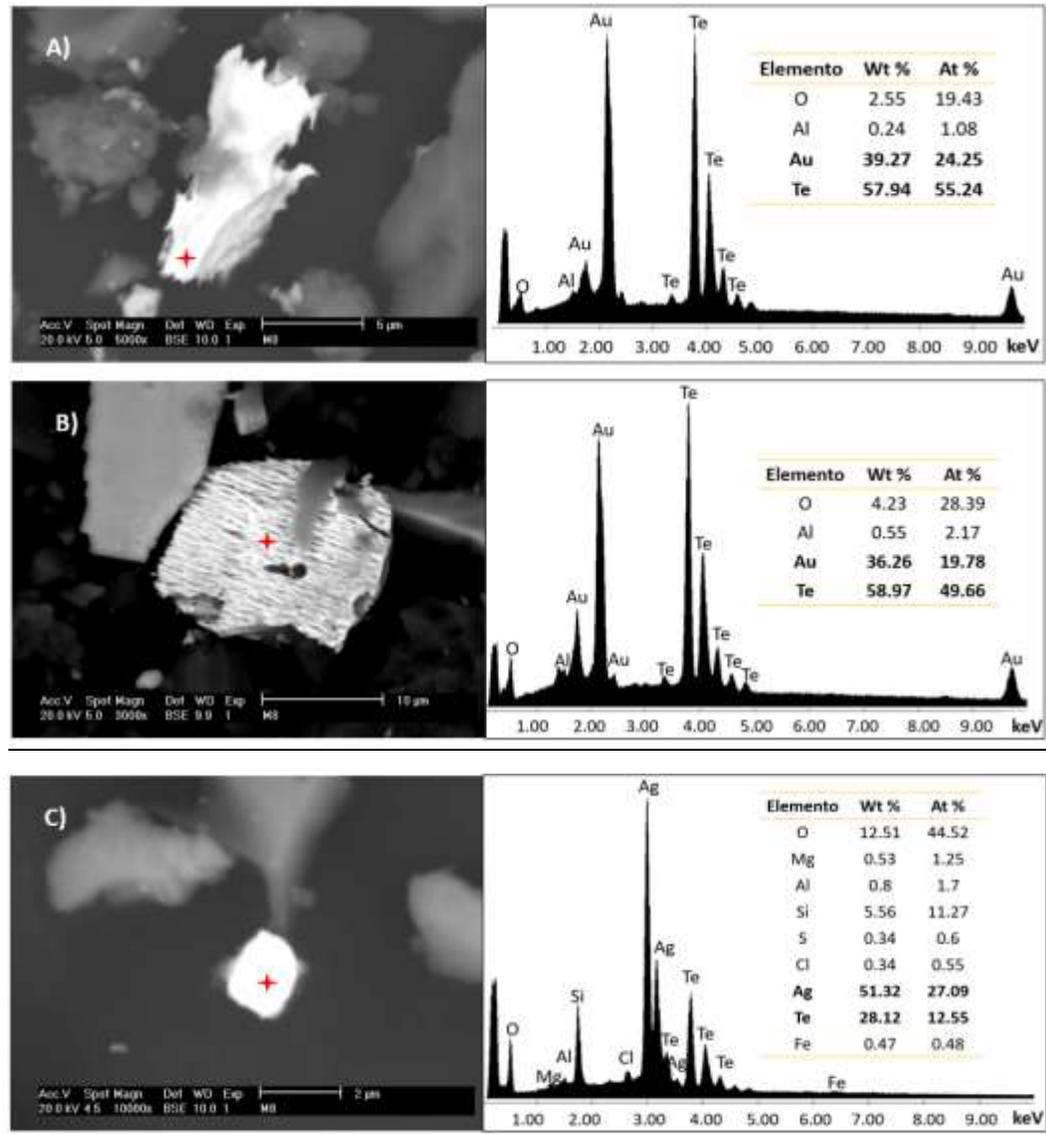


Figura 40. Micrografías de partículas y análisis puntuales de los residuos del Mineral 1 pretratado con 2400 ppm ClO^- y Cianurado 1500 CN^- , A) Telururo de oro reaccionado, B) Telururo de oro sin reaccionar, C) Telururo de plata, correspondiente a la prueba de la Figura 38B.

En el párrafo anterior se mencionó que las partículas encontradas estaban ligadas químicamente al telurio, esto además de ser comprobado por sus respectivos EDS también es complementada la información con mapas EDS de distribución de elementos (Fig. 41), donde se puede observar claramente que el telurio tiene la misma forma detectada de los metales preciosos. Estos mapas EDS respaldan la afirmación de que el telurio está químicamente ligado a los metales preciosos en las partículas analizadas.

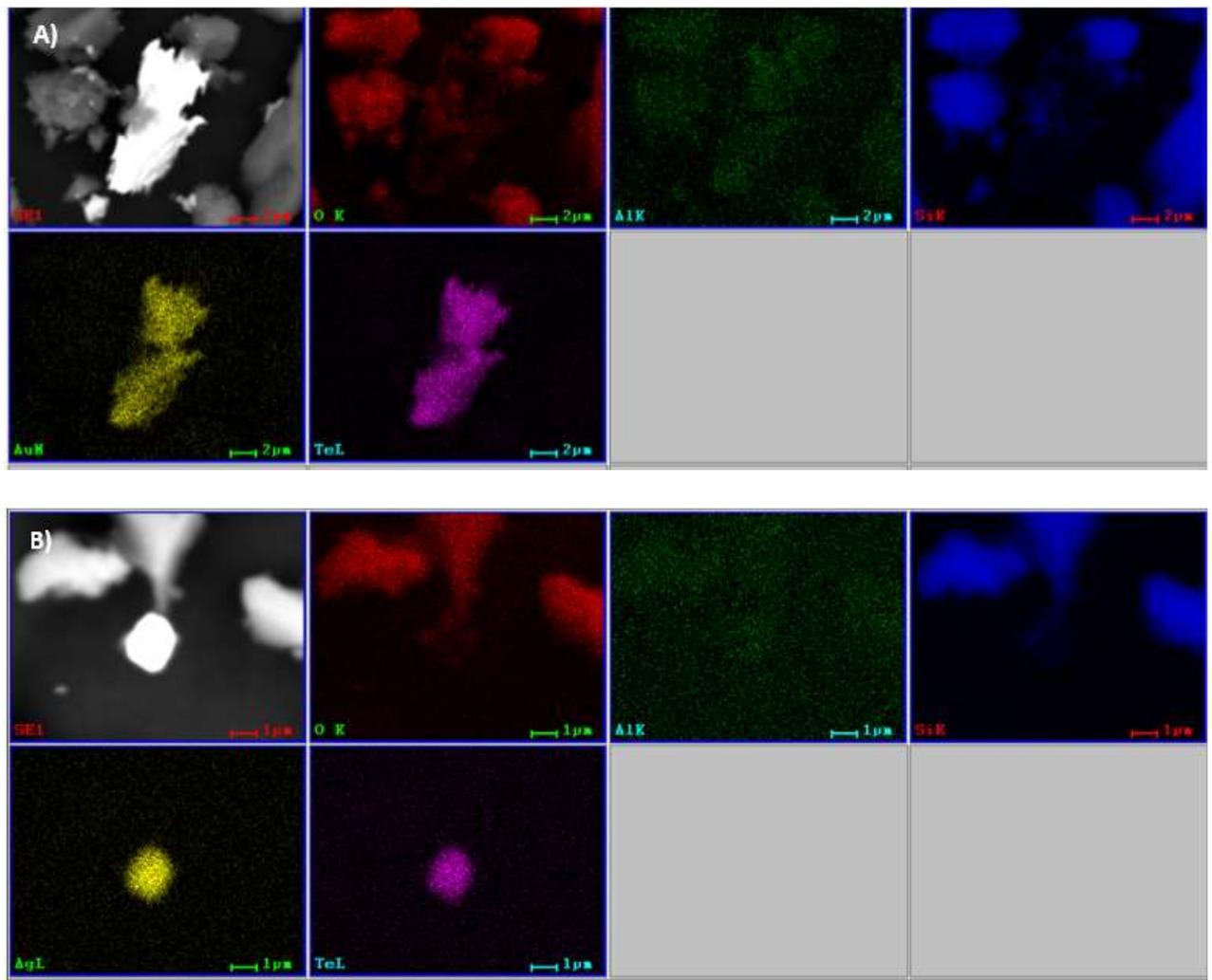


Figura 41. Mapa EDS de distribución de los elementos de la partícula de los residuos de la Figura 40, A) Telururo de oro reaccionado, B) Telururo de plata.

En los residuos finales de las cianuraciones realizadas a los minerales previamente tratados con 4800 ppm ClO^- y 7200 ppm ClO^- se encontraron partículas de telururo de plata (Fig.42A) y cloruro de plata (Fig.42B). Como se ha mencionado anteriormente, en el pretratamiento la plata precipita como cloruro de plata, especie que sí es cianurable, pero debido a que las lixiviaciones se están haciendo a un tiempo de 5h se estima que el tiempo no es suficiente para que todo reaccione.

Se observa que la partícula de telururo de plata que se encontró en la cianuración después de la descomposición oxidativa de 4800 ppm ClO^- es otra de las partículas que no habría reaccionado en el proceso mientras que la partícula de cloruro de plata que corresponde a la cianuración posterior al pretratamiento de 7200 ppm ClO^- es producto de la formación del cloruro de plata con la plata que queda libre al descomponerse el telururo de plata. Con el análisis puntual se aprecia una baja presencia de Te.

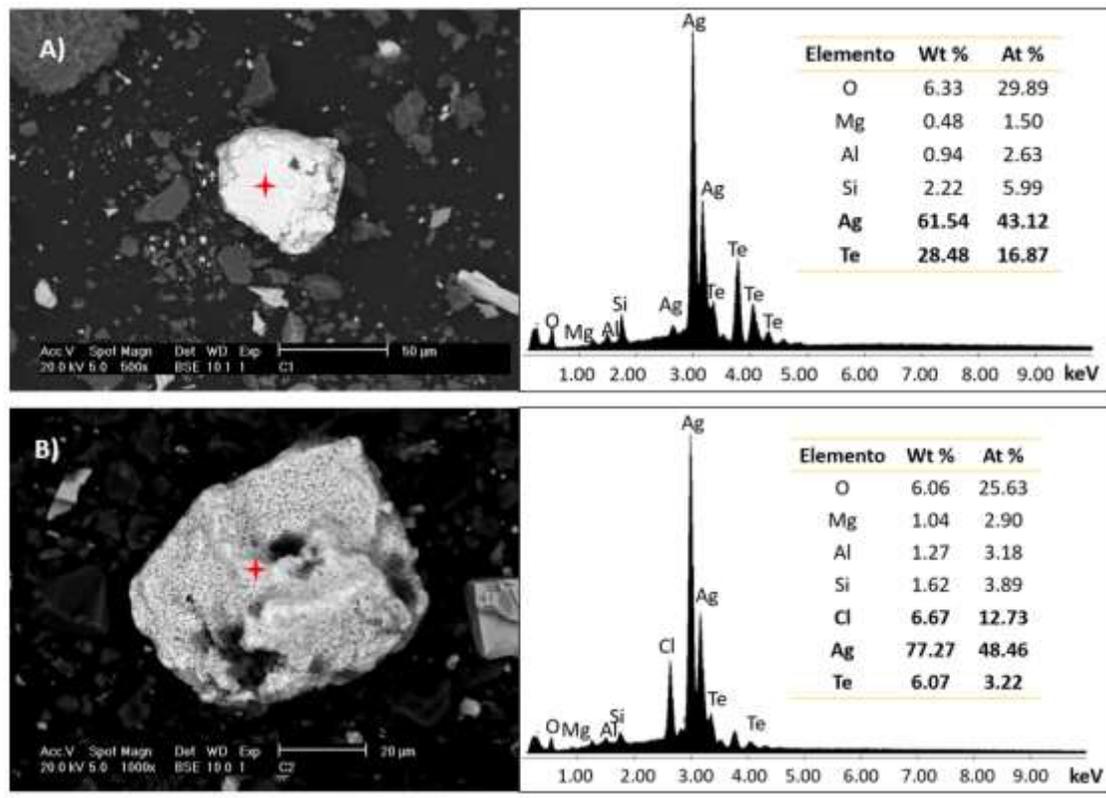


Figura 42. Micrografías y análisis puntuales de partículas de los residuos del Mineral 1, A) 4800 ppm ClO^- , B) 7200 ppm ClO^- , correspondiente a la prueba de la Figura 38C y D.

Los resultados obtenidos de las Figuras 40 y 42 indican que existe una presencia de partículas de telururo de oro, calaverita y telururo de plata en los residuos de las cianuraciones realizadas después del pretratamiento. Estas partículas demuestran que tanto el oro como la plata están químicamente ligados al telurio. Además, los mapas EDS de distribución de elementos (Figura 41) respaldan esta afirmación al mostrar claramente la presencia de telurio en la misma forma que los metales preciosos detectados.

Aunque se observa una disolución parcial del telurio durante el pretratamiento, se infiere que no se logra una disolución completa, lo que indica la existencia de partículas donde el oro y la plata están aún ligados al telurio. Este fenómeno puede ser atribuido al tiempo limitado de lixiviación utilizado en el laboratorio y/o a la falta del reactivo lixivante.

CAPÍTULO VII

CONCLUSIONES

7.1 Cianuración convencional a minerales industriales

La composición química de los minerales industriales muestra que son minerales de interés debido a la alta concentración de Au (Mineral 1) y alta concentración de Te (Mineral 2); además de poseer presencia de plata en ambos minerales. La presencia de telurio hace más atractivo económicamente a los minerales debido al valor que está tomando este en estos últimos años; sin embargo, la presencia del Te como de otros elementos incrementan la refractariedad del mineral a la cianuración.

Si las recuperaciones del oro son iguales o menores al 80% estos minerales ya son catalogados como minerales refractarios, en la cual se puede observar que a condiciones industriales los dos minerales de interés entran en esta clasificación, siendo el Mineral 1 más refractario que el Mineral 2. Posterior a ello se aprecia que, al tener exceso de cianuro dicha situación mejora la disolución del oro en el Mineral 1 pero éste al igual que en condiciones industriales se llega a inhibir en el tiempo de la prueba, se estima que es ocasionado por los elementos cianicidas que el Mineral 1 contiene, además de tener el enlace químico de oro-plata/telurio.

Se puede observar que con el método tradicional de lixiviación con cianuro de sodio es imposible romper el enlace de telurio que hay con los metales de interés, en el cual, el Mineral 1 muestra una nula disolución de telurio, mientras que el Mineral 2 muestra una baja disolución de este, por lo cual, es necesario la aplicación de un pretratamiento oxidativo para la mejora en la recuperación del oro y plata.

7.2 Descomposición oxidativa antes de la cianuración a los minerales industriales

El sistema $NaClO-HNO_3$ permite la disolución del telurio en los dos minerales industriales, haciendo que los telururos se descompongan químicamente. Al aumentar la concentración del oxidante se obtiene una mayor disolución del telurio, entendiendo que hubo una descomposición entre las especies Au-Te/Ag-Te, lo que significa que aplicando una cianuración posterior al pretratamiento oxidativo habría una mayor eficiencia en la recuperación de los metales preciosos de interés.

Además, se observa la formación de cloruro de plata, ya que, al romperse el enlace entre la plata y el telurio, se transforma en $AgCl$. Esta especie se presenta en forma sólida y no es refractaria a la cianuración.

Aunque la cinética de la reacción es muy rápida inicialmente (la reacción ocurre dentro de la primera media hora) después de cierto tiempo se inhibe; otro punto importante es que en esa primera media hora el valor del ORP tiene un descenso y posterior a este descenso el perfil de ORP se estabiliza y se mantiene constante durante toda la prueba, por lo cual, se estima que la caída del ORP está relacionada a que el oxidante se acabó durante esa primera media hora. Para investigar si la falta de oxidante era la causa, en el trabajo de licenciatura de Juan Carlos Villanueva se realizó en determinados intervalos de tiempo una adición del oxidante, lo que resultó en un aumento en la disolución del telurio. Además, se consideró la posible formación de una capa pasiva como causa de la inhibición de la reacción, pero este efecto se descartó después de caracterizar los sólidos finales.

Entre los elementos que pueden ayudar o inhibir la reacción se encuentra el plomo, siendo este usado en las cianuraciones para aumentar la eficiencia de la disolución de plata. Estudios recientes mencionan igual a la disolución de oro, pero esta mejora solo ocurre en medios alcalinos, aunque debido a que hay presencia de Pb en la solución final, la idea no es descartada, se sugiere explorar el efecto del plomo en la oxidación de los telururos. Otros elementos que pudieron interferir en la reacción vendrían siendo el Fe, el Cu, o elementos catalizadores como Pt o Pd.

7.3 Cianuración posterior después del pretratamiento en los minerales

Debido a que la disolución del telurio no fue del 100 % para ninguno de los minerales, sino que este fue por debajo del 50%, se estima que aún existan partículas ligadas al telurio, lo que se comprobó con las micrografías realizadas y los análisis puntuales obtenidos. Se puede observar que en los tres casos se encuentran partículas de telururos, por lo cual la mejora en el proceso de cianuración sí ocurrió, pero los minerales aún se consideran refractarios.

La presencia de hierro y cobre en las soluciones de cianuración indican la presencia de especies cianicidas, lo que no favoreció la cianuración posterior del pretratamiento.

En los sólidos residuales de las cianuraciones finales se observa la presencia de cloruro de plata, generado por la presencia de cloro y la plata liberada del telururo. Aunque esta especie no es refractaria a la cianuración no fue disuelta completamente, tal vez debido a los tiempos cortos de las cianuraciones realizadas en el laboratorio.

Comparando la recuperación del oro en esta cianuración con los resultados obtenidos de cianurar el mineral fresco con 1500 ppm CN^- se tiene un incremento de 7.05%, 27.62% y 35.82% para las concentraciones de 2400 ppm CN^- , 4800 ppm CN^- y 7200 ppm CN^- respectivamente, entendiéndose que entre mayor sea la concentración del oxidante la cianuración posterior tendrá mayores beneficios.

TRABAJOS A FUTURO

- Evaluar la descomposición oxidativa a distintos pH en las mismas concentraciones estudiadas.
- Optimizar la adición del oxidante en intervalos de tiempo determinados para liberar la mayor cantidad de telurio.
- Evaluar el efecto del aumento en temperatura en la descomposición oxidativa de los minerales industriales.

CAPÍTULO VIII

BIBLIOGRAFÍA

- Aguayo, S., Pérez, E., & Encinas, M. A. (1996). Recursos y alternativas de tratamiento para los minerales de teluro de Sonora (Mexico). *Revista de Metalurgia*, 32(1), 33-39.
- Anuar, W. N. S., Rezaei Ardani, M., Baharun, N., Ismail, S., & Rahman, S. A. (2021). Optimization process of the refractory gold ore extraction by hypochlorite oxidative leaching. *Mining, Metallurgy & Exploration*, 38(2), 1191-1201.
- Asamoah, R., Amankwah, R., & Addai-Mensah, J. (2014). *Cyanidation of refractory gold ores: a review* 3rd UMat Biennial International Mining and Mineral Conference Tarkwa, Ghana.
- Baghalha, M. (2007). Leaching of an oxide gold ore with chloride/hypochlorite solutions. *International Journal of Mineral Processing*, 82(4), 178-186.
- Bazan, V., Lara, R., & Brandalez, E. (2018). *Caracterización de minerales refractarios de oro* XIV Jornadas Argentinas de Tratamiento de Minerales, Catamarca.
- Bustanza-Rivera, V. V. (2019). *Estudio del uso de nitrato de plomo para optimizar la recuperación de oro en el proceso de cianuración* [Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa]. Arequipa-Perú.
- Camprubí, A., & Albinson, T. (2006). Depósitos epitermales en México: actualización de su conocimiento y reclasificación empírica. *Boletín de la Sociedad Geológica Mexicana*, 58(1), 27-81.
- Castillo-Ventureño, E. N. (2016). *Recuperación de plata a partir de telururos empleando un sistema de tiosulfato de sodio* [Licenciatura en Ingeniería Minero Metalúrgica Universidad Autónoma de Zacatecas]. Zacatecas, Zacatecas.

- Celep, O., Alp, I., Deveci, H., & Vicil, M. (2009). Characterization of refractory behaviour of complex gold/silver ore by diagnostic leaching. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 19(3), 707-713. [https://doi.org/Doi: 10.1016/s1003-6326\(08\)60337-4](https://doi.org/Doi:10.1016/s1003-6326(08)60337-4)
- Coaguila-Cornejo, R. M., & Lázaro-Taco, V. R. (2018). *Pretratamiento de la lixiviación de un mineral refractario de oro y plata asociado a sulfuros con la adición de sulfuros de sodio e hidróxido de sodio* [Licenciatura en Ingeniería Química, Arequipa-Perú.
- Correa, J. D. O., Cachaya, J. G. O., Zuluaga, C. M. S., Restrepo, E. M., Vélez, C. E. G., & Montoya, J. A. P. (2016). Mineralogía del proceso de lixiviación de oro en minerales refractarios con soluciones de tiosulfato. *Informador técnico*, 80(2), 128-141.
- Das, N. (2010). Recovery of precious metals through biosorption—a review. *Hydrometallurgy*, 103(1-4), 180-189.
- Deschênes, G., Rajala, J., Pratt, A., Guo, H., Fulton, M., & Mortazavi, S. (2011). Advances in the cyanidation of silver. *Mining, Metallurgy & Exploration*, 28, 37-42.
- Gasparri, C. (1984). The metallurgy of the precious metals as affected by their mineralogy and manner of occurrence in their ores. International Congress Precious Metals: Mining, Extraction and Processing, Los Angeles, California.
- Habashi, F. (2016). Gold—an historical introduction. In *Gold Ore Processing* (pp. 1-20). Elsevier.
- Harris, D. C. (1990). The mineralogy of gold and its relevance to gold recoveries. I fundamental aspects of gold deposits. *Mineralium Deposita*, 25, S3-S7.
- Jeffrey, M. I., Breuer, P. L., & Choo, W. L. (2001). A kinetic study that compares the leaching of gold in the cyanide, thiosulfate, and chloride systems. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 32(6), 979-986.
- Lehmann, M., O'leary, S., & Dunn, J. (2000). An evaluation of pretreatments to increase gold recovery from a refractory ore containing arsenopyrite and pyrrhotite. *Minerals Engineering*, 13(1), 1-18.
- Logsdon, M. J., Hagelstein, K., & Mudder, T. (1999). *The management of cyanide in gold extraction*. Citeseer.

- Marsden, J. O., & House, I. C. (2006). *The chemistry of gold extraction*. Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. (SME). (USA)
- Martínez-Rodríguez, F. (2020). *Lixiviación alcalina con sulfuro y precipitación con sulfito para la recuperación de telururo en la especie telururo de plata (Ag_2Te)* [Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica CINVESTAV Saltillo]. Ramos Arizpe, Coahuila.
- Moreno-Ramos, A. (2018). *Cianuración de telururo de plata: efecto del pH y de un pretratamiento oxidativo en la recuperación de plata* [Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica, CINVESTAV, Saltillo]. Ramos Arizpe, Coahuila.
- Motta, G., Polcyn, M., & Saragosa, E. (2021). Refractory gold ores: challenges and opportunities for a key source of growth. *MineSpans Commentary*(6), 1-6.
- Parga, J., & Carrillo, F. (1996). Avances en los métodos de recuperación de oro y plata de minerales refractarios. *Revista de Metalurgia*, 32(4), 254-261.
- Pérez-García, E. M. (2016). *Cianuración de especies refractarias de telururos de oro: efecto del nitrato de plomo ($Pb(NO_3)_2$) y del tipo de agente alcalinizante sobre la extracción de oro* [Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica, CINVESTAV Saltillo]. Ramos Arizpe, Coahuila.
- Pérez-Segura, E. (2015). *Estudio de caracterización mineralógica del oro de 5 muestras de barrenos y sobre una muestra pulverizada de la mina San Francisco, pertenecientes a la zona proyectada para minado subterráneo*. [Reporte Interno de trabajo para la compañía Timmins Gold].
- Ramesh, A., Hasegawa, H., Sugimoto, W., Maki, T., & Ueda, K. (2008). Adsorption of gold (III), platinum (IV) and palladium (II) onto glycine modified crosslinked chitosan resin. *Bioresource technology*, 99(9), 3801-3809.
- Rodríguez-Chávez, V., Fuentes-Aceituno, J., & Nava-Alonso, F. (2022). Oxidative decomposition of silver telluride (Ag_2Te) using hypochlorite in different acid environments. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 1-16.
- Rodríguez-Chávez, V. M. (2023). *Efecto de una oxidación preliminar en la recuperación de oro por lixiviación en minerales con especies oro-teluro* [Doctorado en Ciencias en

- Ingeniería Metalúrgica y Cerámica, CINVESTAV Saltillo]. Ramos Arizpe, Coahuila.
- Saba, M., MohammadYousefi, A., Rashchi, F., & Moghaddam, J. (2011). Diagnostic pre-treatment procedure for simultaneous cyanide leaching of gold and silver from a refractory gold/silver ore. *Minerals Engineering*, 24(15), 1703-1709.
- Santos-Munguía, P. C. (2019). *Minerales de oro conteniendo teluro. Problemas químicos en su análisis y opciones de tratamiento* [Doctorado en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica y Cerámica, CINVESTAV Saltillo]. Ramos Arizpe, Coahuila.
- Tiburcio-Munive, G., Salazar-Campoy, M. M., Valenzuela-García, J. L., Hernández-Negrete, O., & Vázquez-Vázquez, V. (2020). Dissolution of silver and gold with sodium hypochlorite and hydrochloric acid in refractory minerals (mangano-argentiferous). *Mining, Metallurgy & Exploration*, 37(4), 1213-1220.
- Yannopoulos, J. C. (1991). *The extractive metallurgy of gold* (V. N. REINHOLD, Ed.). Springer Science & Business Media.
- Yen, W., Pindred, R., & Lam, M. (1990). Hypochlorite leaching of gold ore. *Proceedings of the Advances in Gold and Silver Processing, Reno, NV, USA*, 10-12.
- Yi, J., Cheng, K., Zha, G., Fan, K., Li, S., Kong, X., Yang, B., Liu, D., & Xu, B. (2022). An innovative green process for separating and enriching tellurium from lead anode slime via vacuum gasification. *Journal of Materials Research and Technology*, 16, 599-607.