

EVALUACIÓN DE LA OXIDACIÓN QUÍMICA COMO PRETRATAMIENTO DE LA  
CIANURACIÓN DE UN MINERAL AURÍFERO REFRACTARIO DE BAJA LEY

CESAR ANDRÉS ORDUZ ZARATE

SILVIA MILENA ROJAS ROJAS

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA

2015

EVALUACIÓN DE LA OXIDACIÓN QUÍMICA COMO PRETRATAMIENTO DE LA  
CIANURACIÓN DE UN MINERAL AURÍFERO REFRACTARIO DE BAJA LEY

CESAR ANDRÉS ORDUZ ZARATE

SILVIA MILENA ROJAS ROJAS

Trabajo de Grado para Optar al título de  
Ingeniero Químico

Director

JULIO ANDRÉS PEDRAZA AVELLA

Ingeniero Químico, Dr

Codirector

JIMY ALEXANDER GAMBOA RUEDA

Ingeniero Químico

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA

2015

*Es con mi más profunda gratitud que dedico este proyecto a mis padres Marleny Rojas y Álvaro Rojas. Gracias por ser una fuente inagotable de conocimiento e inspiración. Es su amor incondicional el que me motiva a trazar metas cada vez más altas.*

*A mi hermanito Álvaro Andrés. Por tí continúo en la búsqueda de la mejor versión de mí misma.*

*A mis tíos Ludwíng y Nubía, gracias por apoyarme durante este largo tiempo de formación. Por siempre estaré en deuda con ustedes.*

*A mis amigos, quienes caminaron a mi lado durante este proceso, con los que superé retos y entendí la satisfacción que deja el esfuerzo. El aprender lecciones de vida junto a ustedes ha creado lazos que perdurarán en el tiempo.*

*SILVIA*

*A Dios, por llenar de bendiciones mi vida y hacer posible este logro.*

*A mis padres, infinitas gracias por su esfuerzo, sacrificio y apoyo incondicional.*

*A mis hermanos, por ser más que mis amigos, un ejemplo a seguir.*

*A mi esposa y mi hija, por ser la fuerza más que necesaria que día a día me mantuvo para seguir adelante.*

*A mi tío Jaime Orduz, por motivarme y aconsejarme seguir adelante con este programa universitario.*

*A Carlos Cadena y Daniela Contreras, por ser unos excelentes compañeros y por los buenos momentos pasados en la universidad.*

*A mis compañeros de carrera y profesores, por brindarme su compañía y apoyo en este proceso de formación.*

*CESAR*

## **AGRADECIMIENTOS**

Nuestros más sinceros agradecimientos a la Universidad Industrial de Santander y en especial a la Escuela de Ingeniería Química por brindarnos la educación que nos permitirá destacarnos como profesionales en beneficio de la sociedad.

Al Grupo de Investigación en Minerales, Biohidrometalurgia y Ambiente, GIMBA, por ofrecernos el espacio y los recursos que nos permitieron desarrollar esta investigación.

A la compañía minera AUX Colombia por proveer las muestras minerales.

Al Ingeniero Humberto Rangel por el préstamo del equipo de concentración Knelson.

Al Laboratorio de Rayos X de la Universidad Industrial de Santander, Parque Tecnológico Guatiguará, por los análisis de DRX y FRX para caracterización del material.

Al Laboratorio de Microscopía Electrónica de la Universidad Industrial de Santander, Parque Tecnológico Guatiguará.

## CONTENIDO

	<b>Pág.</b>
INTRODUCCIÓN .....	13
OBJETIVOS .....	14
1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....	18
1.1 REFRACTARIEDAD A LA CIANURACIÓN DE MINERALES AURÍFEROS ....	18
1.2 CONCENTRACION DE MINERALES AURÍFEROS .....	19
1.2.1 Mesa de Concentración Wilfley .....	19
1.2.2 Concentrador centrífugo Knelson .....	20
1.3 LIXIVIACIÓN DE MINERALES AURÍFEROS POR CIANURACIÓN.....	20
1.4 PRETRATAMIENTO DE MINERALES AURÍFEROS REFRACTARIOS.....	21
1.4.1 Procesos implementados en la industria mundial .....	21
1.4.2 Avances en investigación sobre preoxidación química .....	22
1.5 OXIDACIÓN DE PIRITA CON PERÓXIDO DE HIDRÓGENO.....	23
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	25
2.1 CONMINUCIÓN DEL MINERAL CABEZA.....	26
2.2 DETERMINACIÓN DE LA LEY DE ORO DEL MINERAL CABEZA.....	26
2.3 CONCENTRACION DEL MINERAL CABEZA .....	26
2.4 CARACTERIZACIÓN DEL CONCENTRADO.....	27
2.5 CIANURACIÓN DIRECTA DEL CONCENTRADO .....	28
2.6 TRATAMIENTO DE OXIDACION QUÍMICA DEL CONCENTRADO .....	28
2.6.1 Ensayos preliminares para definición de las variables y sus niveles .....	28
2.6.2 Diseño experimental de la oxidación del concentrado .....	30
2.6.3 Ensayos finales de oxidación del concentrado .....	31
2.7 CIANURACION DEL CONCENTRADO PREOXIDADO .....	31
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS .....	32
3.1 CONCENTRACIÓN .....	32
3.1.1 Concentración en mesa Wilfley .....	32
3.1.2 Concentración en concentrador <i>Knelson</i> .....	32

3.2 CARACTERIZACIÓN DEL CONCENTRADO.....	33
3.3 CIANURACIÓN DIRECTA DEL CONCENTRADO .....	35
3.4 TRATAMIENTO DE OXIDACIÓN QUÍMICA DEL CONCENTRADO .....	36
3.4.1 Definición de las variables y sus niveles.....	36
3.4.2 Resultados del diseño experimental para la oxidación del concentrado.....	37
3.4.3 Resultados de oxidación bajo condiciones favorables .....	40
3.5 CIANURACIÓN DEL CONCENTRADO PREOXIDADO .....	40
4. CONCLUSIONES .....	42
5. RECOMENDACIONES.....	43
BIBLIOGRAFIA.....	47
ANEXOS.....	49

## LISTADO DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
<b>Figura 1.</b> Diagrama de flujo del trabajo experimental.....	25
<b>Figura 2.</b> Imágenes y espectros del concentrado obtenidas por SEM-EDS.....	34
<b>Figura 3.</b> Porcentaje de oro disuelto en función del tiempo de cianuración. ....	35
<b>Figura 4.</b> Porcentaje de hierro disuelto a diferentes condiciones en función del tiempo de reacción.....	36
<b>Figura 5.</b> Dispersión de resultados de modelos de segundo orden respecto a los resultados experimentales. ....	39
<b>Figura 6.</b> Porcentaje de oro disuelto en función del tiempo de cianuración para el concentrado sin tratamiento y el concentrado preoxidado.....	41

## LISTADO DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
<b>Tabla 1.</b> Clasificación según grado de lixiviabilidad de minerales [2]. .....	19
<b>Tabla 2.</b> Valores de las variables en las pruebas preliminares de oxidación.....	29
<b>Tabla 3.</b> Variables y niveles del diseño factorial 2 <sup>4</sup> para la preoxidación .....	30
<b>Tabla 4.</b> Composición elemental del concentrado mediante FRX .....	33
<b>Tabla 5.</b> Mineralogía del concentrado mediante DRX .....	34
<b>Tabla 6.</b> Porcentaje de hierro disuelto para cada ensayo del diseño experimental.	38
<b>Tabla 7.</b> Porcentaje de hierro disuelto en función del tiempo de oxidación .....	40

## LISTADO DE ANEXOS

	<b>Pág.</b>
<b>ANEXO A.</b> Minerales auríferos y su refractariedad a la cianuración.....	49
<b>ANEXO B.</b> Métodos de concentración de minerales.....	52
<b>ANEXO C.</b> Muestreo por Cono y Cuarteo.....	55
<b>ANEXO D.</b> Análisis de Ensayo al Fuego.....	56
<b>ANEXO E.</b> Cianuración en botella rodante.....	57
<b>ANEXO F.</b> Reportes de laboratorios para caracterización del concentrado.....	58
<b>ANEXO G.</b> Análisis estadístico del modelo obtenido por correlación de los datos del estudio de oxidación de los concentrados auríferos .....	69

## RESUMEN

**TÍTULO:** EVALUACIÓN DE LA OXIDACIÓN QUÍMICA COMO PRETRATAMIENTO DE LA CIANURACIÓN DE UN MINERAL AURÍFERO REFRACTARIO DE BAJA LEY\*

**AUTORES:** Cesar Andrés Orduz Zarate, Silvia Milena Rojas Rojas\*\*

**PALABRAS CLAVE:** mineral refractario, mineral aurífero, cianuración, pirita, preoxidación ácida, peróxido de hidrogeno, sulfato férrico.

En las menas auríferas refractarias, partículas finas de oro pueden estar altamente diseminadas y/u ocluidas en minerales sulfurosos tales como pirita, que dificultan la extracción del oro. En este proyecto, se investigó la oxidación de un mineral pirítico refractario de baja ley usando peróxido de hidrógeno e iones férricos en medio ácido con el fin de determinar su efectividad en el mejoramiento de la disolución de oro con cianuro. El mineral de experimentación, con una ley de oro de 1,5 g/ton, se extrajo de las rocas caja de filón de un yacimiento de la zona minera de California en Santander. Este material fue concentrado en un equipo centrífugo Knelson hasta alcanzar 5,7 g/ton. Resultados de difracción de rayos-X mostraron que el concentrado refractario contenía predominantemente cuarzo, un 53% y en menor medida pirita, 7%. La lixiviación con cianuro resultó en una disolución de oro de 73,6%, confirmando la naturaleza refractaria del mineral a la cianuración directa. El pretratamiento oxidativo ácido, realizado bajo las condiciones más favorables del estudio incrementó la disolución del oro hasta 93,75%, equivalente a una mejora de 20,15%. La oxidación de la pirita es principalmente controlada por la concentración de peróxido de hidrógeno y la interacción entre la agitación y el porcentaje de pulpa. Estos resultados sugieren que la oxidación en condiciones ácidas con  $H_2O_2$  puede ser potencialmente usada como un método de tratamiento químico previo a la cianuración convencional para las menas refractarias que contengan pirita.

---

\* Proyecto de grado.

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Dr. Julio Andrés Pedraza Avella.

## ABSTRACT

**TÍTULO:** EVALUATION OF CHEMICAL OXIDATION AS A PRETREATMENT TO CYANIDATION OF A LOW-GRADE REFRACTORY GOLD ORE\*

**AUTHOR:** Cesar Andrés Orduz Zarate, Silvia Milena Rojas Rojas\*\*

**KEYWORDS:** Refractory ores, gold ores, pyrite, cyanidation, acidic pre-oxidation, hydrogen peroxide, ferric sulfate.

In sulphidic refractory gold ores, fine gold particles may be highly disseminated and/or locked up in sulphide minerals such as pyrite, which hinders the extraction of gold. In this work, a chemical oxidation pretreatment of a low-grade pyritic refractory gold ore using hydrogen peroxide ( $H_2O_2$ ) and iron(III) sulfate ( $Fe_2(SO_4)_3$ ) in acidic media was tested in order to determine its effectiveness in improving the gold recovery. The mineral samples were obtained from the California mining region in Santander, Colombia. The ore assayed 1.5 g/t Au and was concentrated in a centrifugal Knelson equipment to reach 5.7 g/t. X-Ray Diffraction results showed that the concentrate contained predominantly quartz, 53%, and to a lesser extent pyrite, 7%. Cyanide leaching resulted in low extraction of gold, 73.6%, confirming the refractory nature of the ore. Acidic oxidation treatment under suitable conditions was shown to improve the extraction of gold up to 93.75%, enhancing gold extraction by 20.15%. In this process, the oxidation is mainly controlled by  $H_2O_2$  concentration and the interaction between stirring and solid-to-liquid ratio. These findings suggest that acidic  $H_2O_2$  oxidation in the presence of ferric ( $Fe^{3+}$ ) ions can be potentially used as a chemical pretreatment method prior to the conventional cyanidation for the refractory pyrite-bearing ores.

---

\* Bachelor thesis

\*\* Faculty of Physical-Chemical Engineering. Chemical Engineering department. Advisor: Ph.D Julio Andrés Pedraza Avella

## INTRODUCCIÓN

La marcada disminución de depósitos auríferos de alta concentración y fácil extracción, ha generado la necesidad en la industria metalúrgica extractiva de buscar alternativas que permitan procesar minerales complejos con polimetales o propiedades refractarias. Dentro de los procesos que permiten la recuperación hidrometalúrgica del oro, la cianuración permanece como el método de lixiviación más ampliamente utilizado. En este proceso, los principales factores que afectan la solubilización o disolución del oro con cianuro están relacionados con la naturaleza de la mena en que está contenido el metal; es así que en los minerales que contienen sulfuros, en los cuáles el oro se encuentra ocluido o encapsulado en éstos, la cianuración tiende a no tener una alta eficiencia dada la disminución en el área de contacto entre la solución lixivante y el metal precioso. A este tipo de menas se les conoce normalmente como menas refractarias a la cianuración. Con la cianuración tradicional, es común obtener porcentajes de disolución de oro iguales o superiores al 90% al tratar minerales oxidados, en tanto que con minerales auríferos sulfurados refractarios la disolución solo alcanza valores inferiores al 80%, lo cual constituye un problema técnico y económico en el proceso.

Procesos de pretratamiento a la cianuración como oxidación con agentes químicos, tostación, bio-oxidación, oxidación a presión y molienda ultra fina se han estudiado e implementado como opciones que permiten procesar minerales refractarios de oro satisfactoriamente.

Teniendo en cuenta lo anterior, el objetivo de esta investigación fue evaluar experimentalmente un pretratamiento de oxidación química con el fin de mejorar la disolución de oro de un mineral aurífero sulfurado refractario proveniente de la zona minera de California, Santander. Como agentes oxidantes se estudiaron el peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ) y el sulfato férrico ( $Fe_2(SO_4)_3$ ). En este trabajo se empleó el diseño experimental estadístico.

## OBJETIVOS

### Objetivo general

Evaluar experimentalmente un pretratamiento de oxidación química con el fin de mejorar la disolución de oro de un mineral aurífero sulfurado refractario proveniente de la zona minera de California, Santander

### Objetivos específicos

- Realizar la concentración del mineral en un concentrador Knelson, a fin de enriquecerlo disminuyendo la ganga.
- Establecer, mediante diseño experimental estadístico, las condiciones más favorables en las que los agentes oxidantes peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ) y sulfato férrico ( $Fe_2(SO_4)_3$ ) oxidan la mayor cantidad de pirita.
- Comprobar, por medio de cianuración tradicional, el efecto que el proceso oxidativo tiene sobre la disolución del oro.

## 1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

### 1.1 REFRACTARIEDAD A LA CIANURACIÓN DE MINERALES AURÍFEROS

El oro en sus menas puede presentarse en una de las siguientes tres formas: como Oro Libre, como Oro Combinado y como Oro Asociado a una amplia variedad de minerales, o en una combinación de las mismas, tal como se presenta en el Anexo A1. Como Oro Libre se define a las partículas de oro que pueden ser liberadas totalmente mediante molienda de la mena; en este caso durante la cianuración estas partículas quedan expuestas a la acción total del cianuro. El Oro Combinado se presenta unido a otros elementos químicos, en forma de aleación con cantidades variables de plata (oro argentífero o electrum AuAg) y también formando especies minerales con el telurio, como calaverita  $\text{AuTe}_2$ , silvanita  $\text{AuAgTe}_4$ , nagyagita ( $\text{Pb}(\text{Pb}, \text{Sb})\text{S}_2$ ) (Au, Te), entre otras, siendo estos compuestos con telurio insolubles en soluciones acuosas cianuradas. El tercer tipo de oro, el Asociado, después de la molienda de las menas que lo contienen puede quedar como partículas de oro asociado, oro encapsulado u oro submicroscópico. El Oro Asociado, serán las partículas de oro que permanecen unidas a los límites de grano de otras especies minerales, quedando expuestas a la acción de agentes lixiviantes como el cianuro; el Oro Ocluido o Encapsulado, aquel que queda completamente encerrado dentro de la estructura de un mineral; y Oro Submicroscópico o Diseminado a las partículas que están ocluidas en sulfuros u otros minerales, diseminadas en la matriz y que generalmente están por debajo de los límites de detección de la microscopía óptica [1]. Una descripción gráfica de estas últimas definiciones se encuentra en el Anexo A2. En un proceso de cianuración, el oro encapsulado y el oro submicroscópico no estarán expuestos al contacto directo con el cianuro y por tanto difícilmente se disolverán.

En resumen, se puede decir que en las menas auríferas a ser procesadas por cianuración, pueden existir partículas de oro insolubles o no lixiviables y/o partículas de difícil lixiviación; por ejemplo, cuando hay presencia de compuestos de Au con Te, oro encapsulado, oro submicroscópico u oro asociado con sulfuros o arseniuros,

como pirita, pirrotita, arsenopirita, estibinita, galena, minerales de cobre y zinc, entre otros. Cuando se presenta una o varias de estas causas, al emplear la cianuración convencional los porcentajes de disolución no superan el 85%; por lo que se pueden clasificar estas menas como difícilmente o medianamente lixiviables de acuerdo con la Tabla 1. Tal comportamiento se conoce como refractariedad a la cianuración. En el Anexo A3 se presenta un diagrama en donde se compilan las diferentes causas de la refractariedad.

**Tabla 1.** Clasificación según grado de lixivabilidad de minerales [2].

Porcentaje de disolución	Clasificación según grado de disolución
<65%	Difícilmente lixiviable
65-85%	Medianamente lixiviable
>85%	Altamente lixiviable

**Fuente:** S.R La Brooy, 1994

## 1.2 CONCENTRACION DE MINERALES AURÍFEROS

Los métodos de concentración gravimétrica son usados para separar minerales de diferentes densidades utilizando la fuerza de gravedad. Modificaciones actuales permiten hacer uso de fuerzas centrífugas para generar separaciones más rápidas y eficientes. El proceso de concentración parte de un mineral cabeza o de entrada, con un tamaño de partícula ajustado por una etapa previa de conminución, a partir del cual se generan dos o tres corrientes de salida: concentrado, colas y en algunos casos, un producto de medios [3]. En el Anexo B1 se presenta un diagrama del uso de los diferentes métodos de concentración en función del grado de molienda de la mena.

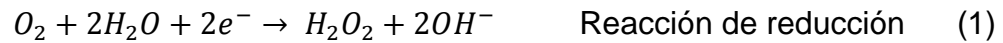
**1.2.1 Mesa de Concentración Wilfley** Las mesas concentradoras son aparatos de concentración gravimétrica con flujo laminar sobre una superficie inclinada. En las mesas de movimiento longitudinal vibratorio las partículas de mineral se diferencian formando bandas en abanico (cejas), según su peso específico y

granulometría. De este tipo son las mesas *Wilfley*, comúnmente utilizadas en la minería del oro. Estas mesas permiten una amplia variación en sus parámetros operativos y, por lo general, de esta forma se pueden adaptar al material de alimentación correspondiente. Las variables principales de operación de la mesa *Wilfley* son: granulometría de la alimentación, longitud de golpe (amplitud), frecuencia de golpe, inclinación de la mesa, caudal de agua de lavado, y posición de los cortadores de productos [3]. En el Anexo B2 se muestra un esquema de la mesa *Wilfley*.

**1.2.2 Concentrador centrífugo Knelson** El concentrador *Knelson* consiste de un cono perforado con anillos internos que gira a alta velocidad. La alimentación, que en general debe ser inferior a 1/4", es introducida como pulpa (20-40% sólidos en peso) por un conducto localizado en la parte central de la base del cono. Las partículas, al alcanzar la base del cono, son impulsadas hacia las paredes laterales por la acción de la fuerza centrífuga generada por la rotación del cono. Se forma un lecho de volumen constante en los anillos, los cuales retienen las partículas más pesadas, mientras que, las más livianas son expulsadas y arrastradas por encima de los anillos hacia el área de descarga de relaves en la parte superior del cono. Las principales variables de operación del concentrador *Knelson* son: porcentaje de sólidos en la pulpa, flujo de alimentación, granulometría de la alimentación y presión de agua [3]. En el Anexo B3 se muestra un esquema de este concentrador,

### **1.3 LIXIVIACIÓN DE MINERALES AURÍFEROS POR CIANURACIÓN**

El cianuro en soluciones diluidas y condiciones óptimas tiene la capacidad de acomplejar y disolver el oro de sus menas. En este proceso, los principios electroquímicos de la corrosión rigen la disolución. La reducción del oxígeno sobre la superficie metálica en la zona catódica va acompañada por la oxidación y complejamiento del oro en la zona anódica de acuerdo con las reacciones:



Resultando en la ecuación fundamental de la cianuración:



La velocidad de la disolución del oro depende en mayor parte de la aireación y la agitación, así como del tamaño de partícula, la concentración de cianuro y la alcalinidad; además de las características propias de la mena.

## 1.4 PRETRATAMIENTO DE MINERALES AURÍFEROS REFRACTARIOS

**1.4.1 Procesos implementados en la industria mundial** En los últimos años ha habido un incremento en la investigación del tratamiento de menas de oro refractarias debido al agotamiento de menas conteniendo oro libre o asociado. Las cuatro opciones de pre-tratamiento más comunes actualmente implementadas son: tostación, oxidación a presión, bio-oxidación y molienda ultrafina [4].

La tostación es un proceso de alto consumo energético y alto costo operativo en el que los sulfuros presentes en el mineral son oxidados generando  $SO_2$  gaseoso, lo cual es un problema ambiental de mayor importancia. La tostación involucra una reacción térmica gas-sólido durante la cual el azufre y el carbono son oxidados a  $SO_2$  y  $CO_2$  a temperaturas entre  $500^\circ C$  y  $700^\circ C$ .

Durante el proceso de oxidación a presión los sulfuros son oxidados por oxígeno puro a una elevada temperatura y presión en una suspensión acuosa. Esto rompe los sulfuros en una fase de solución, consistente de sulfatos metálicos y ácido sulfúrico. El oro atrapado en el mineral sulfuroso original es completamente liberado, permitiendo recuperaciones de oro muy altas al tratar el producto con cianuración.

En la bio-oxidación, ciertas cepas bacterianas son usadas para acelerar el proceso natural de oxidación de los sulfuros. Estas bacterias metabolizan energía de la oxidación de iones ferrosos y sulfuros. Es una tecnología bien establecida con varias plantas operando globalmente.

En la molienda ultra-fina se usa un molino específico para reducir el tamaño de partícula del mineral huésped de tal forma que parte de la superficie del oro queda expuesta, permitiendo contacto con la solución de cianuro. Un beneficio de esta técnica es que el mineral no es destruido en una reacción oxidativa lo cual evita los problemas resultantes de cómo tratar los productos de reacción. Sin embargo el método es incrementalmente consumidor de energía con cada paso de reducción de tamaño.

**1.4.2 Avances en investigación sobre preoxidación química** A partir de la revisión bibliográfica de los avances actuales en tratamiento de mineral aurífero refractario se encontró que para mejorar la disolución de oro mediante cianuración tradicional, los reactivos oxidantes más efectivos en el pretratamiento son el cloruro férrico, el ácido clorhídrico, el ácido sulfúrico y el ácido nítrico [5]. Así mismo, el pretratamiento con hidróxido de sodio es una técnica metalúrgica viable para el procesamiento de mineral refractario antimonial conteniendo oro y plata [6].

En otro estudio realizado con un mineral que contenía 20 g/t Au y 220 g/t Ag y era conformado predominantemente por cuarzo, arcilla y barita, y en una menor cantidad, pirita, estibina, esfalerita, zinkenita y andorrita, se encontró que la lixiviación alcalina con sulfuro de sodio e Hidróxido de Sodio mejoró la disolución de oro de 49% a 78%. La temperatura y concentración relativa de  $\text{Na}_2\text{S}$  y  $\text{NaOH}$  fueron los factores más importantes [7].

También se ha investigado la preoxidación de mineral de oro altamente refractario usando Ozono y Fe (III) en medio ácido. Se concluyó que las condiciones óptimas para la oxidación son: temperatura de 100 °C, tiempo de 8 h, velocidad de agitación de 869 rpm, concentración de ozono de 54 ppm y concentración de iones férricos

de 0,7 mol/L. La cianuración para los residuos oxidados bajo estas condiciones sugirió que después de la oxidación la disolución de oro incrementó un 77% resultando en una disolución final de 96.5% [8].

En el pretratamiento con hidróxido de potasio de mineral refractario antimonial se reveló que la mayoría del antimonio puede ser removido al disminuir el tamaño de partícula e incrementar la concentración molar de KOH y la temperatura. Los resultados experimentales sugieren que el pre tratamiento con hidróxido de potasio es una técnica efectiva de metalurgia extractiva y puede probar ser un método más amigable con el medio ambiente para tratar mineral refractario [9].

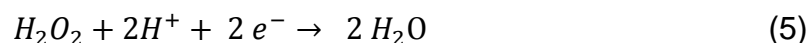
Adicionalmente, se ha comprobado que la adición de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> como un oxidante durante la cianuración (Cianuración Asistida por Peróxido) tiene un efecto creciente en la recuperación de los lixiviados de oro y plata, un efecto decreciente en el periodo de lixiviación y por tanto resulta ser un acelerador en la disolución de Ag y Au [10].

Además de los pretratamientos oxidativos también se han investigado agentes lixiviantes que mejoran la disolución del oro, como el cloruro-hipoclorito empleado en un concentrado pirítico altamente refractario en el que se disuelve el 38.1% después de 24 h mediante cianuración tradicional. Cuando se realiza la lixiviación directa con cloruro-hipoclorito se alcanza una disolución de oro de 67.1% [11].

## **1.5 OXIDACIÓN DE PIRITA CON PERÓXIDO DE HIDRÓGENO**

Siendo la pirita el mineral más comúnmente asociado con el oro refractario, han sido numerosos los esfuerzos para solubilizarla y liberar las partículas de oro. Debido a la gran estabilidad estructural de la pirita se han estudiado agentes oxidantes fuertes como el peróxido de hidrógeno en condiciones ácidas para evaluar el comportamiento de la reacción [12].

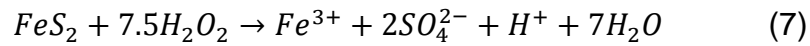
La acción oxidante del H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en soluciones ácidas está basada en su reducción:



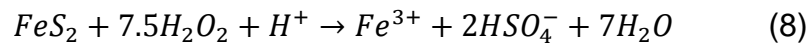
El  $H_2O_2$  es relativamente inestable y su descomposición es catalizada por  $Fe^{3+}$ , superficies metálicas, etc. Su reacción de descomposición es:



La disolución de la pirita por  $H_2O_2$  en soluciones de baja acidez se da según:

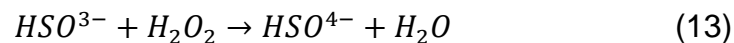
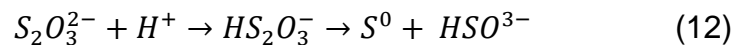
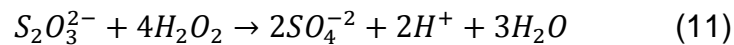
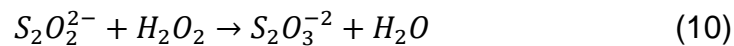
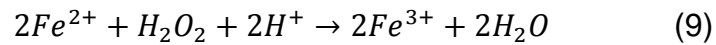


Y en soluciones altamente ácidas por la reacción:



El mismo estudio encontró que la tasa de disolución es máxima en la ausencia de agitación. Esto puede deberse a que una agitación muy fuerte acelera la descomposición del peróxido. Además ocurre que las burbujas de oxígeno que se liberan llevan a la superficie partículas de pirita que vuelven a caer generándose un fenómeno de 'auto agitación'.

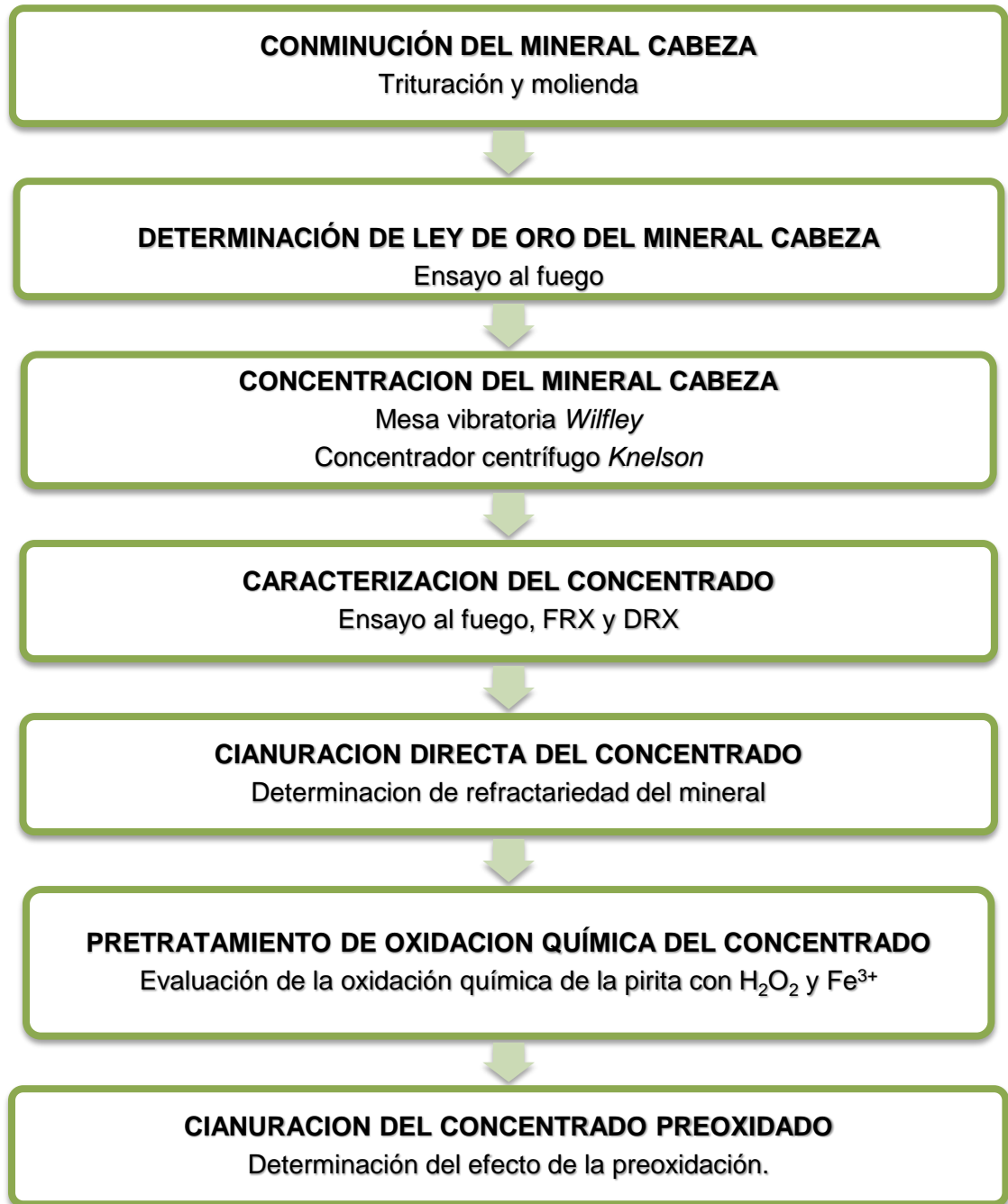
Las siguientes reacciones pueden también tener lugar:



## 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En la Figura 1 se presenta el diagrama de flujo del trabajo experimental.

**Figura 1.** Diagrama de flujo del trabajo experimental.



**Fuente:** Autores

## **2.1 CONMINUCIÓN DEL MINERAL CABEZA**

Para el desarrollo del proyecto se usó un mineral de la zona minera de California, Santander, suministrado por la empresa AUX Colombia. Se recibieron rocas de mineral caja de tamaños menores a 18", las cuales se redujeron de tamaño manualmente hasta 3". Con una trituradora de mandíbulas BB 200 RETSCH se llevaron a 0,5" y en un molino de bolas DENVER se redujeron hasta alcanzar un  $d_{80} = 75\mu\text{m}$  (-200# Tyler), utilizando una carga de 100 bolas de 2" durante 4 horas. Se escogió ese tamaño de partícula pues es el recomendado para una mejor operación de concentración tanto gravimétrica como centrífuga y es el más utilizado en la cianuración convencional por agitación [13]. Esta operación de conminución se realizó en el laboratorio de procesamiento de minerales de la UIS.

## **2.2 DETERMINACIÓN DE LA LEY DE ORO DEL MINERAL CABEZA**

Una vez realizada la reducción de tamaño se homogeneizó todo el mineral y mediante la técnica de cono y cuarteo (Anexo C) se tomaron muestras representativas para proceder a determinar la ley de oro del mineral de cabeza mediante análisis de ensayo al fuego. Se realizaron cinco pruebas siguiendo el método descrito en el Anexo D para análisis de ensayo al fuego.

## **2.3 CONCENTRACION DEL MINERAL CABEZA**

A fin de aumentar el tenor de oro y observar mejor el efecto del pretratamiento de oxidación de la mena se decidió realizar la concentración del mineral.

Inicialmente se realizaron algunas pruebas en la mesa concentradora *Wilfley* disponible en el laboratorio de procesamiento de minerales de la UIS (Anexo B2). Los mejores resultados se obtuvieron utilizando condiciones experimentales similares a las que tradicionalmente se usan en este tipo de minería [14]: pulpa con 20% de sólidos, caudal de agua de lavado de 25 ml/s, ángulo de inclinación de la mesa de 30°. En estos ensayos los medios se realimentaban a la mesa.

Dado que los resultados de concentración en mesa *Wilfley* no fueron satisfactorios, se decidió emplear el concentrador centrífugo *Knelson KC MD3* (Anexo B3), propiedad del Ing. Humberto Rangel, profesional vinculado a la minería santandereana. Para estos ensayos, el equipo fue trasladado a la UIS.

Las pruebas de concentración en el equipo centrífugo se realizaron con base en las condiciones reportadas en investigaciones anteriores [14]: Presión de agua 2-5 psi, pulpa con 20-40% de sólidos, granulometría -200# Tyler. La velocidad de alimentación de pulpa al equipo estuvo entre 15-40 L/h. Los mejores resultados se obtuvieron bajo las siguientes condiciones: Presión de agua de 2 psi, porcentaje de pulpa de 20%, velocidad de alimentación de 40 L/h y homogenización mecánica con un agitador tipo ancla a 600 rpm. Es de resaltar la importancia de la homogeneización de la pulpa de alimentación al equipo para evitar la sedimentación de las partículas pesadas y así asegurar una alimentación homogénea de la pulpa. Los tenores de oro de los productos de concentración se determinaron por análisis de ensayo al fuego, el procedimiento se presenta en el Anexo D.

La eficiencia de la concentración se determinó usando dos parámetros: porcentaje de recuperación y razón de enriquecimiento [14]; los cuales se calculan según:

$$\% \text{ Recuperación} = \frac{\text{cantidad de concentrado [g]} * \text{ley de concentrado [g/ton]}}{\text{cantidad de mineral cabeza [g]} * \text{ley de mineral cabeza [g/ton]}} * 100 \quad (14)$$

$$\text{Razón de enriquecimiento} = \frac{\text{Ley del concentrado}}{\text{Ley del mineral cabeza}} \quad (15)$$

## 2.4 CARACTERIZACIÓN DEL CONCENTRADO

El tenor de oro del concentrado obtenido se determinó realizando análisis de ensayo al fuego. La identificación y cuantificación de otros elementos presentes en el mineral se realizó mediante análisis en un espectrómetro secuencial de Fluorescencia de Rayos-X de longitud de onda dispersiva de 4KW marca BRUKER modelo S8 TIGER. Con el fin de identificar la presencia de especies mineralógicas

responsables de la refractariedad y sus proporciones, se realizó un análisis de difracción de rayos X en un difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 Advance con Geometría Da Vinci. Estos análisis RX fueron realizados por el Laboratorio de Rayos X de la UIS-Guatiguará. También se realizaron análisis de microscopía electrónica de barrido SEM-EDS, en el Laboratorio de Microscopía Electrónica de la UIS.

## 2.5 CIANURACIÓN DIRECTA DEL CONCENTRADO

Se realizó la prueba de cianuración en botella rodante durante 96 horas, siguiendo la metodología descrita en el Anexo E. Se extrajeron alícuotas en los tiempos: 2, 4, 8, 24, 48, 72 y 96 horas. La concentración de oro disuelto en cada tiempo se analizó con el espectrofotómetro de absorción atómica BUCK Scientific modelo 210VGP. El porcentaje de oro disuelto se calculó según:

$$\% \text{ disolucion de oro} = \frac{\text{oro disuelto en la solución [g]}}{\text{oro disponible en la muestra sólida [g]}} * 100 \quad (16)$$

## 2.6 TRATAMIENTO DE OXIDACION QUÍMICA DEL CONCENTRADO

En este estudio se usó peróxido de hidrógeno en condiciones ácidas para tratar el mineral refractario debido a su bajo costo respecto a otros agentes oxidantes reportados, su alto poder oxidante en condiciones ácidas y su rápida velocidad de reacción. La acidez se garantizó usando ácido sulfúrico. También se usaron iones férricos a fin de estudiar el efecto de la interacción entre los dos oxidantes. Este último ha sido reportado como efectivo en la oxidación de la pirita [8].

Para evaluar el tratamiento de oxidación se usó una metodología de diseño experimental estadístico.

### 2.6.1 Ensayos preliminares para definición de las variables y sus niveles

Teniendo en cuenta que el material a estudiar provino de rocas de mineral caja, y con base en la hipótesis de que la refractariedad del mineral se debía principalmente a que el oro se encontraba finamente diseminado y ocluido en la pirita, se sometió el mineral a un proceso de oxidación, descomponiendo la pirita y por tanto liberando

las partículas de oro, facilitando así la lixiviación por cianuración convencional. Al descomponerse la pirita el hierro se solubiliza, así pues en cuanto mayor sea la cantidad de hierro disuelto en el medio se habrá logrado oxidar más pirita y por tanto se habrán incrementado las posibilidades de liberar el oro. De acuerdo con lo anterior, la variable respuesta para las pruebas de oxidación fue el porcentaje de hierro disuelto, calculado según la ecuación 17.

$$\%Fe\ disuelto = \frac{Fe\ disuelto\ en\ el\ ensayo\ [g]}{Fe\ disponible\ en\ la\ muestra\ sólida} * 100 \quad (17)$$

Con el fin de determinar las variables y sus niveles en el diseño de experimentos, se llevaron a cabo pruebas preliminares descritas a continuación.

En Erlenmeyer de 250 ml se mezclaron 100 ml de solución de peróxido de hidrógeno con 25 g de concentrado mineral, inicialmente se agitó para homogeneizar la pulpa y se ajustó el pH con ácido sulfúrico de concentración 0,1 M, a partir de lo cual se tomó el tiempo de tratamiento. Cada hora y durante 7 horas, se tomaron muestras de 1 ml que se diluyeron con agua destilada en proporción 1:50, se centrifugaron en centrífuga GEMMY PLC-025 a 3500 rpm durante 5 minutos para separar los sólidos; los líquidos se almacenaron para posterior análisis de hierro por espectrofotometría de absorción atómica. Al completarse 12 horas se tomó una muestra final. De esta manera se realizaron cuatro pruebas por duplicado. Los valores de las variables se seleccionaron de acuerdo con las condiciones más favorables reportadas en las referencias bibliográficas y se resumen en la Tabla 2.

**Tabla 2.** Valores de las variables en las pruebas preliminares de oxidación.

Prueba N°	[H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ]	Agitación	Ph	%pulpa
1	2 M	No	4	20%
2	2 M	Si	4	20%
3	2 M	No	2	20%
4	3 M	No	4	20%

**2.6.2 Diseño experimental de la oxidación del concentrado** Con base en los resultados de las pruebas preliminares se propuso un diseño factorial  $2^4$  cuyas variables y niveles se presentan en la Tabla 3. Estos ensayos se realizaron así:

**Tabla 3.** Variables y niveles del diseño factorial  $2^4$  para la preoxidación

N° experimento	[H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ] M	Agitación	[Fe <sup>3+</sup> ] M	% Pulpa
1	1	No	0	20
2	2	No	0	20
3	1	Si	0	20
4	2	Si	0	20
5	1	No	0,01	20
6	2	No	0,01	20
7	1	Si	0,01	20
8	2	Si	0,01	20
9	1	No	0	33
10	2	No	0	33
11	1	Si	0	33
12	2	Si	0	33
13	1	No	0,01	33
14	2	No	0,01	33
15	1	Si	0,01	33
16	2	Si	0,01	33

En Erlenmeyer de 250 ml se mezclaron 25 g de mineral con 50 ó 100 ml de solución de los reactivos oxidantes, dependiendo del porcentaje de pulpa de la combinación. El reactivo hace referencia a solución de peróxido de hidrógeno o una mezcla de éste con solución de 0,01 M de Fe<sup>3+</sup>. El pH se ajustó a 2 con la adición de pequeñas cantidades de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1M. En el caso de las pruebas con agitación se usó un agitador magnético ajustado a 300 rpm. Al cabo de 5 horas se tomó una muestra de

10 ml, se centrifugó a 3500 rpm durante 5 minutos y se analizó hierro por espectrofotometría de absorción atómica. Los ensayos se realizaron bajo condiciones de presión atmosférica, la temperatura aumentaba hasta 70°C debido a la exotermicidad de la reacción. Todos los ensayos se realizaron por duplicado. Al terminar las 16 pruebas del diseño experimental, se efectuó un tratamiento estadístico de los resultados haciendo uso del software Minitab ® V.15 (Trial version) con el que se obtuvo la correlación que caracteriza el proceso en el rango de las condiciones de experimentación.

**2.6.3 Ensayos finales de oxidación del concentrado.** A partir de los resultados del diseño experimental y su análisis se implementó experimentalmente el pretratamiento con 600g de concentrado, con el objeto de obtener suficiente mineral preoxidado para realizar una nueva lixiviación por cianuración.

En este caso se usó un agitador mecánico con paletas de vidrio para evitar la corrosión por los agentes oxidantes. El tiempo de tratamiento fue de 5 horas. Se tomaron muestras cada hora con el fin de observar el comportamiento de la oxidación con el paso del tiempo. Al finalizar, se separaron los sólidos por sedimentación y filtrado. Los sólidos húmedos se lavaron para eliminar los residuos de peróxido y principalmente de ácido. Finalmente se secaron. También este ensayo fue realizado por duplicado.

## **2.7 CIANURACION DEL CONCENTRADO PREOXIDADO**

Siguiendo la metodología descrita en el Anexo E se realizó una segunda cianuración, por duplicado, con el fin de comprobar el efecto del tratamiento de oxidación sobre el porcentaje de disolución del oro.

### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Tras el proceso de conminución, se obtuvo un mineral cabeza con un tamaño de partícula  $d_{80} \leq 75\mu\text{m}$  (-200# Tyler), con el cual se realizó toda la experimentación de este estudio. El mineral cabeza presentó un tenor de oro de  $1,5 \pm 0,23$  g/ton.

#### 3.1 CONCENTRACIÓN

**3.1.1 Concentración en mesa Wilfley** A partir del ensayo que presentó los mejores resultados y que fue realizado con 250 g de mineral se obtuvieron 36g de concentrado con un tenor de 2,4 g/ton, 84g en la zona de medios con un tenor de 1,9 g/ton y 130g de colas con un contenido de oro de 1,04 g/ton. Según las ecuaciones 14 y 15 se tiene que el porcentaje de recuperación fue de 23% y la razón de enriquecimiento de 1,6.

De estos resultados se pudo concluir que la mesa *Wilfley* no es el equipo adecuado para concentrar este mineral. Esta baja eficiencia podría atribuirse a que las partículas de oro en el mineral cabeza estén en tamaño microscópico diseminadas en la roca y por consiguiente son arrastradas a la zona de colas. Para concentrar mineral con estas características, son necesarias fuerzas complementarias de mayor magnitud que la gravedad, como la fuerza centrífuga.

**3.1.2 Concentración en concentrador *Knelson*** A partir del ensayo de concentración centrífuga que presentó mejores resultados se obtuvieron, de 250g de alimentación, 58 g como concentrado con un tenor de oro de 5,7 g/ton y 192 g de colas con un contenido de oro de 0,32 g/ton. De acuerdo con estos resultados y según las ecuaciones 14 y 15, el porcentaje de recuperación fue de 83,56% y la razón de enriquecimiento de 3,8. Las características del concentrado obtenido por este método se consideraron adecuadas para cumplir con el objetivo de este proyecto, por lo que todo el material se concentró bajo estas condiciones.

### 3.2 CARACTERIZACIÓN DEL CONCENTRADO

Los resultados de análisis de ensayo al fuego muestran que tras la concentración, el tenor de oro aumenta de 1,5 g/ton hasta  $5,7 \pm 0,57$  g/ton.

En el análisis de FRX, Tabla 3, se verifica que el elemento con mayor presencia en el mineral es el Si, seguido de Al, Fe, S y K; elementos presentes en los compuestos mayoritarios reportados en el DRX (Tabla 4), como son cuarzo, moscovita, pirita y alunita. El 7% de pirita que contiene el mineral sirve como indicativo de que puede haber refractariedad del oro relacionada a compuestos sulfurados. La consistencia de los datos reportados se valida al afirmar que si todo el azufre disponible en el mineral (4,6%) conformase únicamente pirita, esta equivaldría al 8,6% de las fases mineralógicas, un porcentaje mayor que el encontrado en el análisis de DRX, lo cual confirma que hay presencia de azufre suficiente para formar la cantidad de pirita reportada, así como pequeñas cantidades de sulfuros de Cu, Zn, Pb y el sulfato alunita. Las imágenes y espectros obtenidos por microscopía electrónica (Figura 2), confirmaron la presencia de estos minerales. A pesar de que se realizó una amplia búsqueda por SEM-EDS no se encontraron partículas de oro de ningún tamaño, lo cual contribuye a confirmar la hipótesis de que la refractariedad de la mena es debida a la presencia de partículas submicroscópicas ampliamente diseminadas. En el Anexo F se presentan los reportes de los laboratorios.

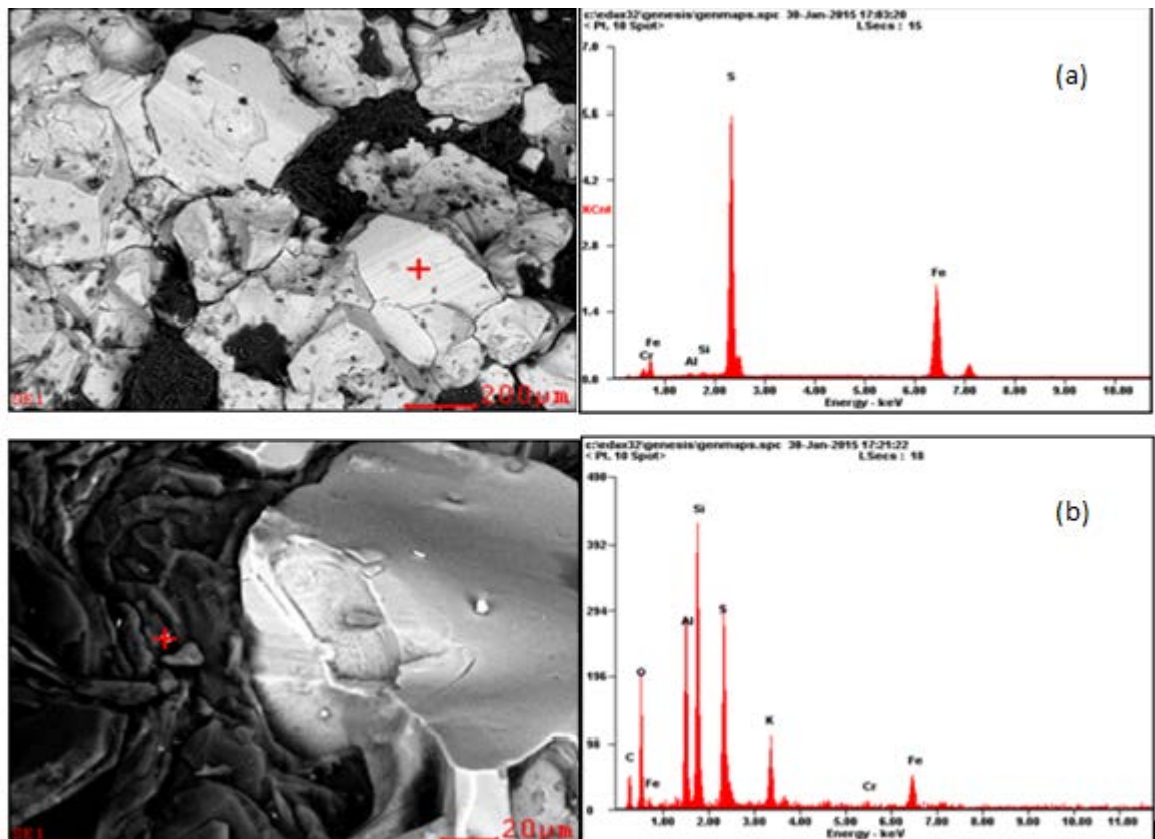
**Tabla 4.** Composición elemental del concentrado mediante FRX

Si	Al	Fe	S	K	Ti	Mg	Ca	Na	Pb
29,19%	6,73%	5,15%	4,58%	2,51%	0,73%	0,38%	0,17%	0,14%	0,12%
P	Ba	Cu	Sr	Cr	V	Mn	Zr	W	Zn
0,12%	0,07%	0,05%	0,02%	0,02%	0,02%	0,01%	0,01%	0,01%	0,01%

**Tabla 5.** Mineralogía del concentrado mediante DRX

FASE	NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	52.9% (0.2)
FeS <sub>2</sub>	Pirita	6.9% (0.1)
TiO <sub>2</sub>	Rutilo	<1%
K(Al(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> (OH) <sub>6</sub> )	Alunita	4.5%
TiO <sub>2</sub>	Anatasa	N.C
Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (OH) <sub>4</sub>	Caolinita	N.C
K <sub>0.92</sub> Na <sub>0.8</sub> Al <sub>1.78</sub> Fe <sub>0.22</sub> Mg <sub>0.1</sub> (Al <sub>0.83</sub> Si <sub>3.17</sub> O <sub>10</sub> )(OH) <sub>2</sub>	Moscovita	19.8% (0.3)
<b>Total Cristalino</b>		<b>84.8%</b>
<b>Amorfos y otros</b>		<b>15.2%</b>

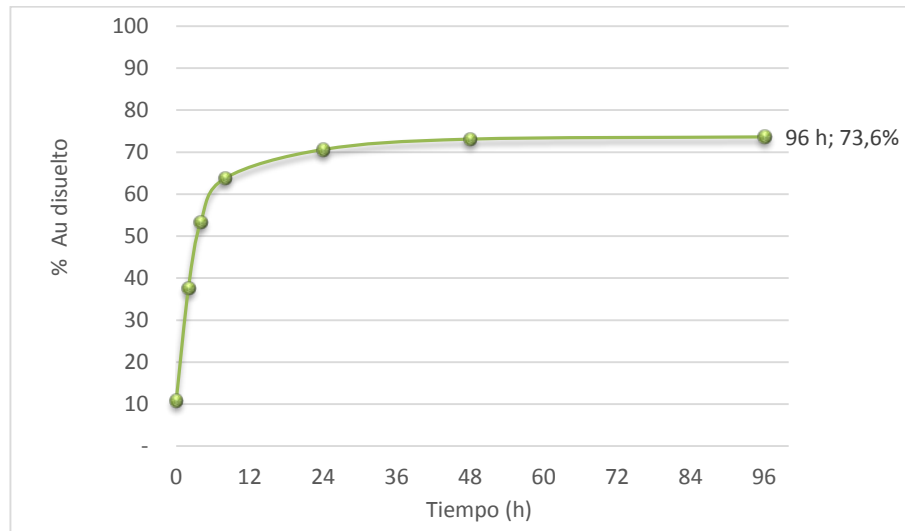
**Figura 2.** Imágenes y espectros del concentrado obtenidas por SEM-EDS para pirita (a) y alunita (b)



### 3.3 CIANURACIÓN DIRECTA DEL CONCENTRADO

En la Figura 3 se muestran los resultados de cianuración del mineral concentrado, sin pretratar, como una función del tiempo de lixiviación.

**Figura 3.** Porcentaje de oro disuelto en función del tiempo de cianuración.

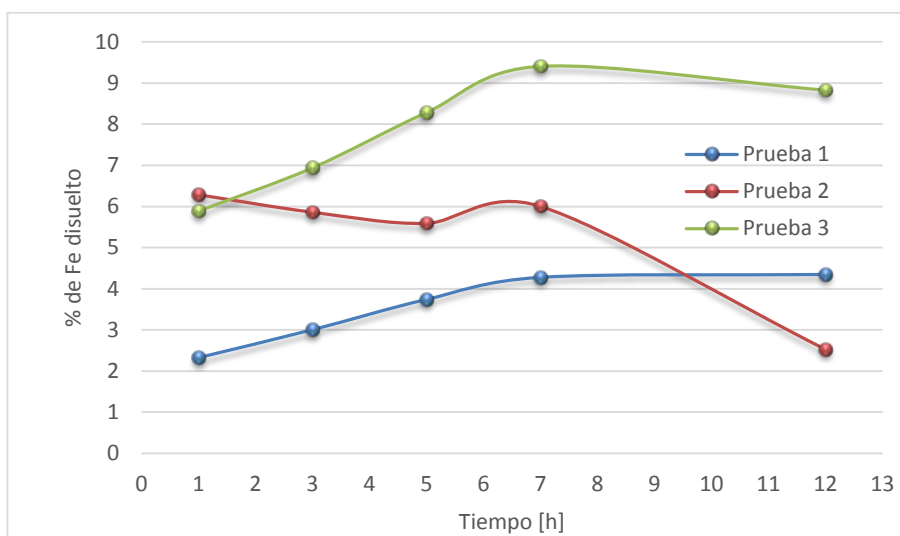


Esta figura muestra una curva típica de lixiviación en la que se puede apreciar una rápida disolución hasta 8 horas, solubilizándose un 65% del oro; luego de lo cual se desacelera la reacción hasta alcanzar un 74% de disolución de oro a las 96 horas. Este porcentaje de disolución menor del 85% permite concluir que el mineral tiene un comportamiento refractario a la cianuración.

### 3.4 TRATAMIENTO DE OXIDACIÓN QUÍMICA DEL CONCENTRADO

**3.4.1 Definición de las variables y sus niveles.** Los resultados de los ensayos realizados bajo las condiciones de la Tabla 1 se muestran en la Figura 4.

**Figura 4.** Porcentaje de hierro disuelto a diferentes condiciones en función del tiempo de reacción.



**pH:** Los resultados de las pruebas 1 y 3 muestran que en todo tiempo se favorece de forma significativa la reacción cuando la solución es más ácida (pH = 2, prueba 3), por lo que se decidió fijar el pH en 2.

**Agitación:** Los porcentajes de hierro disuelto durante las pruebas 1 y 2 muestran que la agitación moderada es favorable para la disolución de la pirita. Dado que estos resultados no son acordes con lo reportado en la literatura [12], se decidió evaluar la agitación como variable en el diseño experimental.

**Temperatura:** En estos ensayos se registró un aumento de temperatura hasta 70°C durante la primera media hora, lo que indica que la reacción es exotérmica. En un proceso a gran escala la manipulación de la temperatura incrementaría

significativamente los costos de operación, por lo que se decidió no estudiar su efecto.

**Tiempo de reacción:** Analizando la curva de reacción para las pruebas 1 y 3 se observó que a partir de 5 horas se desaceleró la disolución de hierro. Por esto, se optó por realizar todas las pruebas del diseño hasta un tiempo límite de 5 horas.

**Concentración de peróxido de hidrógeno:** En el ensayo a concentración 3M de peróxido se presentó una alta producción de espuma, lo que indica que se produce una gran cantidad de oxígeno en fase gaseosa por la descomposición del peróxido, oxígeno que no interviene en la reacción; luego se estaría consumiendo reactivo innecesariamente lo que representaría un importante aumento en costos. Así se pudo establecer 1M como el nivel bajo de concentración de peróxido de hidrógeno y 2M como el nivel alto.

**Concentración de iones férricos:** La literatura sugiere una concentración 0,7M de iones férricos [8], pero se fijó una concentración de 0,01 M debido a que la alta concentración de iones férricos acelera la descomposición del peróxido, liberando oxígeno gaseoso que no interviene en la reacción con la pirita.

**Porcentaje de sólidos:** Para este estudio se decidió evaluar el porcentaje de pulpa tradicionalmente usado que está alrededor del 33%, y uno más bajo, de 20%, para mejorar el contacto sólido-líquido.

### **3.4.2 Resultados del diseño experimental para la oxidación del concentrado.**

Los porcentajes de hierro disuelto para cada una de las 16 pruebas por duplicado se muestran en la Tabla 6. El ensayo que presentó mayor porcentaje de disolución de hierro fue el N° 4:  $[H_2O_2]=2M$ ,  $[Fe^{3+}]=0 M$ , con agitación y %pulpa = 20%. El nivel alto de la concentración de peróxido favorece la oxidación de la pirita. El porcentaje de pulpa más bajo favorece la reacción al haber más reactivo disponible para oxidar igual cantidad de mineral. La agitación moderada permite que la mezcla sea

homogénea y por tanto las partículas sólidas están en continuo contacto con el reactivo. Los iones férricos no tienen un efecto directo en la disolución de hierro en la presencia de peróxido.

**Tabla 6.** Porcentaje de hierro disuelto para cada ensayo del diseño experimental.

Ensayo N°	Disolución Fe %	Ensayo N°	Disolución Fe %
1	5,88	9	6,49
2	9,20	10	6,57
3	7,62	11	3,93
4	<b>9,22</b>	12	4,18
5	3,45	13	6,36
6	5,07	14	7,11
7	4,64	15	4,66
8	8,69	16	7,91

De acuerdo con estos resultados se analizó estadísticamente el efecto de las variables estudiadas sobre la disolución del hierro, usando el software Minitab® V.15 (Trial Version), obteniéndose el modelo presentado en el Anexo G, con un coeficiente de correlación de 98.97%. En la mayoría de procesos, las interacciones de tercer y cuarto orden suelen ser poco significativas, además desde el punto de vista fenomenológico es poco probable que existan interacciones de este tipo, es por eso que en favor de simplificar la correlación se propuso un modelo de segundo orden con coeficiente de correlación de 93%. De este segundo modelo se obtuvieron la gráfica normal de efectos estandarizados y el diagrama de Pareto de efectos estandarizados. Estos resultados se presentan también en el Anexo G.

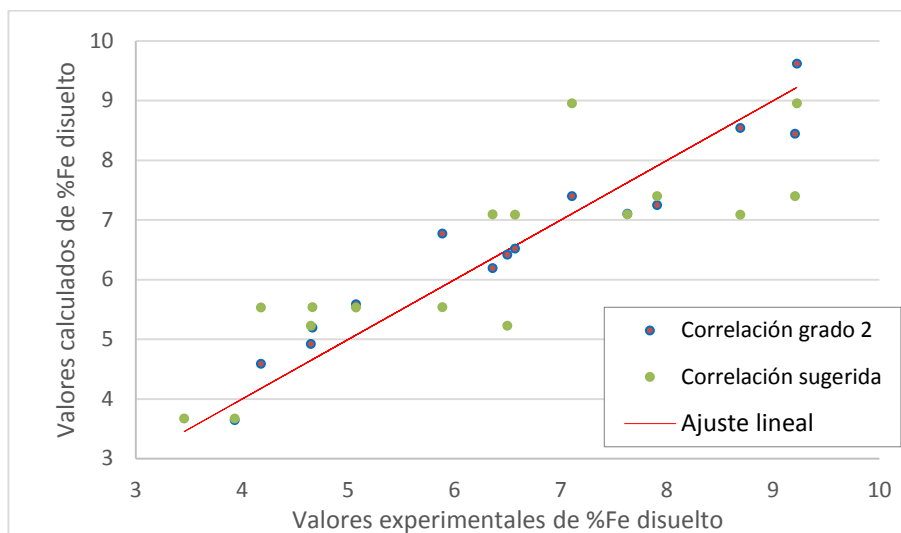
La gráfica normal de efectos estandarizados (Anexo G) muestra que la mayor parte de las variables principales e interacciones de segundo orden son significativas, siendo posible descartar únicamente el efecto directo de la agitación [B] y la interacción entre la agitación y la concentración de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> [AB]. De acuerdo con esta

misma gráfica, los efectos principales son aquellos más alejados de la línea de efecto cero, estos corresponden a la concentración de  $H_2O_2$  [A], la interacción entre concentración de  $Fe^{3+}$  y % de pulpa [CD] y la interacción entre agitación y % de pulpa [BD]. Además la gráfica indica la dirección del efecto, [A] y [CD] tienen efectos positivos, lo que indica que un cambio del nivel bajo al nivel alto incrementa la respuesta. En el diagrama de Pareto (Anexo G) se pueden confirmar estos mismos resultados, en donde el primer bloque de barras representa las variables más significativas. De acuerdo al análisis anterior se propone un tercer modelo simplificado, dado por la ecuación:

$$\%Fe\ disuelto = 6,3123 + 0,9308 * [H_2O_2] - 0,7765 * Agitación * \%Pulpa + 0,9335 * Fe^{3+} * \%Pulpa \quad (18)$$

El coeficiente de correlación para este modelo es de 83,96% lo que indica un grado de validez aceptable en beneficio de simplificar la ecuación. La Figura 5 representa la dispersión de los datos calculados con los dos últimos modelos respecto a los resultados experimentales.

**Figura 5.** Dispersión de resultados de modelos de segundo orden respecto a los resultados experimentales.



**3.4.3 Resultados de oxidación bajo condiciones favorables** En la Tabla 7 se presentan los resultados de disolución de hierro en función del tiempo de oxidación, para el ensayo de oxidación de 600g de concentrado bajo las condiciones más favorables encontradas mediante el diseño experimental. Como es esperado cuando se aumenta la cantidad de material a procesar, la disolución de hierro disminuyó un 2,5% respecto a la prueba con 25 g de concentrado.

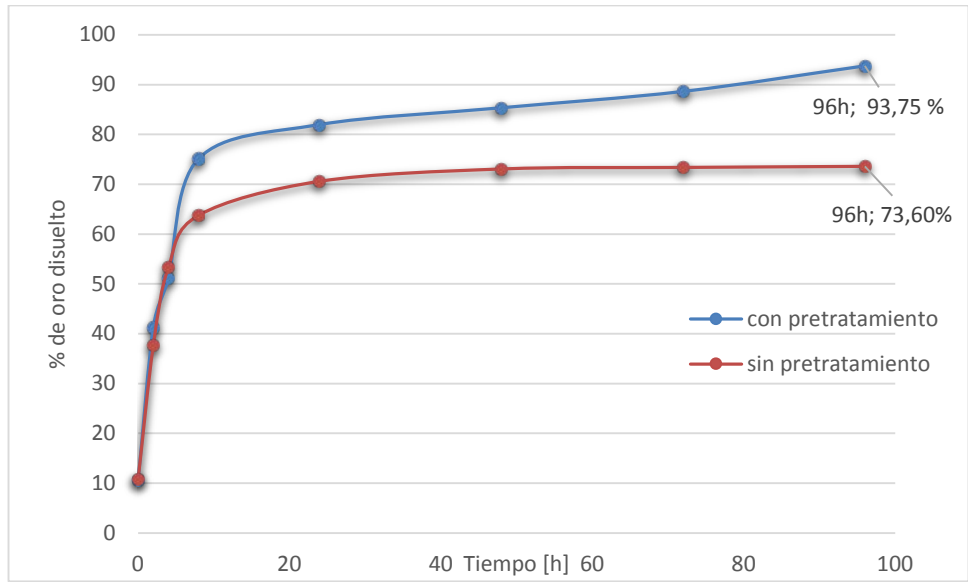
**Tabla 7.** Porcentaje de hierro disuelto en función del tiempo de oxidación

Tiempo [h]	Disolución Fe %
1	6,44
2	7,06
3	7,41
4	7,52
5	7,74

### 3.5 CIANURACIÓN DEL CONCENTRADO PREEOXIDADO

En la Figura 6 se reporta el porcentaje de oro disuelto a medida que transcurre el tiempo de cianuración para el concentrado pretratado. En este caso se alcanzó una disolución de oro de 93,75% al cabo de 96 horas de lixiviación. Este valor representa un incremento del 20,15% en la disolución de oro por cianuración tradicional en comparación con el 73,6% obtenido con el concentrado sin tratamiento. Esta disolución final es similar a la obtenida por otros autores que implementaron un pretratamiento [8], y en comparación con otros casos es incluso más alta [7]. Con base en el concepto de refractariedad descrito en la sección 1.1, es válido afirmar que al realizar el tratamiento oxidativo el mineral pierde sus características refractarias, haciendo el proceso de extracción de oro de esta mena potencialmente más atractivo.

**Figura 6.** Porcentaje de oro disuelto en función del tiempo de cianuración para el concentrado sin tratamiento y el concentrado preoxidado.



#### 4. CONCLUSIONES

En la operación de concentración en mesa Wilfley se pudo obtener un producto concentrado con tenor máximo de oro de 2,4 g/ton, correspondiendo a una razón de enriquecimiento de 1,6 y a una recuperación de tan solo el 23%; mientras que con el concentrador centrífugo Knelson estos índices se pudieron subir a 5,7 g/ton, 3,8 y 84%, respectivamente. Teniendo en cuenta estos valores, se concluye que el uso del equipo Knelson es más conveniente para concentrar este tipo de mineral.

En la lixiviación con cianuro del concentrado sin preoxidar se alcanzó una disolución de oro de 73,6% después de 96 h, indicando que la mena es refractaria a la cianuración. Los análisis químicos y mineralógicos sugirieron que el comportamiento refractario puede atribuirse a la presencia de oro asociado u ocluido en pirita o de oro submicroscópico altamente diseminado.

A pesar de que la oxidación de la pirita fue baja, 7,74% a las condiciones más efectivas de oxidación del concentrado  $[H_2O_2] = 2M$ ,  $[Fe^{3+}] = 0 M$ , con agitación moderada y %pulpa = 20%, se mejoró la disolución de oro de 73,6% a 93,6%; demostrando con ello que un pretratamiento oxidativo hace al proceso de extracción de oro de esta mena potencialmente más atractivo.

## 5. RECOMENDACIONES

Siendo la ley de oro del mineral cabeza tan baja, 1,5 g/ton, sería deseable evaluar su concentración por métodos más eficientes que los gravimétricos como la flotación.

Dado los resultados positivos de este proyecto en cuanto a aumento del porcentaje de disolución de oro, se sugiere estudiar la factibilidad de implementar esta técnica a nivel de planta piloto o a nivel industrial.

Se recomienda realizar un estudio de viabilidad económica con el fin de concluir si ésta mejora en la disolución de oro resulta rentable y atractiva para ser implementado por una empresa minera.

## REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

[1] RAMIREZ DELGADO, Oscar Iván. MENDOZA PRADA Álvaro Alexis. Activación con molienda mecánica como pretratamiento en la cianuración de minerales refractarios de oro. Bucaramanga, 2006, 96 h. Trabajo de grado (Ingeniero Metalúrgico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Disponible en el catálogo en línea de la Biblioteca de la Universidad Industrial de Santander.

[2] CARRILLO SANDOVAL, Martha Isabel. Estudio comparativo de la lixiviación de dos minerales auroargentíferos (oxidado y sulfurado) con tiourea y cianuro. Bucaramanga, 2013, 70 h. Trabajo de grado (Ingeniero Metalúrgico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Disponible en el catálogo en línea de la Biblioteca de la Universidad Industrial de Santander.

[3] KELLY, Errol. SPOTTISWOOD, David. Introduction to Mineral Processing. Michigan: John Wiley & Sons, 1982. 491 p. ISBN 047-10-3379-0

[4] RECOVERING REFRACTORY resources. En: Mining Magazine [en línea]. (2012); [consultado 2 08 2014]. Disponible en <[http://www.miningmagazine.com/management-in-action/recovering-refractory-resources?SQ\\_DESIGN\\_NAME=print\\_friendly](http://www.miningmagazine.com/management-in-action/recovering-refractory-resources?SQ_DESIGN_NAME=print_friendly) >

[5] MOJTABA, Saba *et al.* Diagnostic pre-treatment procedure for simultaneous cyanide leaching of gold and silver from a refractory gold/silver ore. EN: Minerals Engineering. 24 (2011); 1703–1709

- [6] OKTAY, Celep *et al.* Implementation of sodium hydroxide pretreatment for refractory antimonial gold and silver ores. En: Hydrometallurgy. 108 (Abril 2011); 109–114
- [7] OKTAY, Celep *et al.* Improved gold and silver extraction from a refractory antimony ore by pretreatment with alkaline sulphide leach. En: Hydrometallurgy. 105 (Octubre 2010); 234–239
- [8] QINGCUI, Li *et al.* Pre-oxidation of high-sulfur and high-arsenic refractory gold concentrate by ozone and ferric ions in acidic media. En: Hydrometallurgy. 97 (January 2009); 61–66
- [9] İBRAHİM Alp *et al.* Influence of potassium hydroxide pretreatment on the extraction of gold and silver from a refractory ore. En: Hydrometallurgy 146 (Marzo 2014); 64–71
- [10] F. Arslan; D.Y. Ozdamar y M. Muduroglu. Cyanidation of Turkish gold-silver ore and the use of hydrogen peroxide. En: The European Journal of Mineral Processing and Environmental Protection Vol.3, No.3, 1303-0868 (2003); 309-315
- [11] MEHDI GHOBEITI Hasab; SHAHRAM Raygan y FERESHTEH Rashchi. Chloride–hypochlorite leaching of gold from a mechanically activated refractory sulfide concéntrate. En: Hydrometallurgy. 138 (Junio 2013); 59–64
- [12] M.M. Antonijevic; M. Dimitrijevic y Z. Jankovic. Leaching of pyrite with hydrogen peroxide in sulphuric acid. En: Hydrometallurgy. 46 (1997); 71-83
- [13] VAZQUEZ GARCIA, Jorge. Procesamiento de Minerales Auríferos [en línea]. <[http://www.simco.gov.co/simco/documentos/Seg\\_Minera/proced\\_min\\_aur\\_car\\_010001.pdf](http://www.simco.gov.co/simco/documentos/Seg_Minera/proced_min_aur_car_010001.pdf)> [citado en 20 de enero de 2015]

[14] CONTRERAS MORENO, Rodolfo. GELVES RODRIGUEZ, Carlos. Concentración de las colas de cianuración de la mina reina de oro mediante el uso del concentrador Knelson Bucaramanga, 1999, 24 h. Trabajo de grado (Ingeniero Metalúrgico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Disponible en el catálogo en línea de la Biblioteca de la Universidad Industrial de Santander

## BIBLIOGRAFÍA

ARIAS ARCE, Vladimir. Refratariedad de concentrados auríferos. En: Revista del Instituto de Investigación FIGMMG. Vol. 8, N.º 16 (2005); 5-14

CUTLER, O., DIETRICH, F. Fire Assaying. New York: McGraw-Hill, 1940. 277p.

DE LA CRUZ, Carlos. Consideraciones prácticas y estadísticas relacionadas a la evaluación de un sistema de muestreo y separación de muestras para minerales auríferos en volcán CIA Minera SAC U.E.A de Pasco [en línea]. <<http:// analisisdeoro.blogspot.com>> [citado en 20 de enero de 2015]

EVERETT, G., MATTHEY, J. Fire assay. En: WORSFOLD, Paul et al. Encyclopedia of Analytical Science. 2 edition. San Diego: Elsevier Academic, 2005. p. 17-24.

GONZÁLEZ ANAYA J.A., NAVA ALONSO Fabiola, PECINA TREVIÑO E.T. Use of Ozone for Gold Extraction from a Highly Refractory Concentrate. En: Ozone: Science & Engineering, Vol. 33. 42–49.

GUTIERREZ PULIDO, Humberto, DE LA VARA SALAZAR, Román. Análisis y diseño de experimentos. Segunda edición. México D.F: Mc Graw Hill, 2008. ISBN-10: 970-10-6526-3.

LUNT Dave and BRIGG Nigel. Refractory Sulfide Ores – Case Studies. En: ADAMS Mike D. Developments in Mineral Processing, Vol. 15. Perth, Western Australia. GRD Minproc Limited, 2005.

REMOLINA CASTRILLÓN, Jaime. Tostación clorurante de un mineral aurífero sulfurado como alternativa para disminuir su refractariedad a la cianuración. Bucaramanga, 2011, 77 h. Trabajo de grado (Ingeniero Metalúrgico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Disponible en el catálogo en línea de la Biblioteca de la Universidad Industrial de Santander

ROMERO POSADA, Deimer. SANCHEZ VERA, Jhon. Desarrollo de un protocolo para la determinación de oro y plata en minerales de acuerdo a su naturaleza mediante el método de ensayo al fuego como primera etapa de la validación del método. Bucaramanga, 2014, 24 h. Trabajo de grado (Ingeniero Metalúrgico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Disponible en el catálogo en línea de la Biblioteca de la Universidad Industrial de Santander

TAPIA QUEZADA, Jaime. Técnicas de muestreo de minerales [en línea]. <<http://procesaminerales.blogspot.com/2012/05/tecnicas-de-muestreo-de-minerales.html>> [citado en 20 de enero de 2015]

VAZQUEZ GARCIA, Jorge. Procesamiento de Minerales Auríferos [en línea]. <[http://www.simco.gov.co/simco/documentos/Seg\\_Minera/proced\\_min\\_aur\\_car\\_010001.pdf](http://www.simco.gov.co/simco/documentos/Seg_Minera/proced_min_aur_car_010001.pdf)> [citado en 20 de enero de 2015]

## **ANEXO A.** Minerales auríferos y su refractariedad a la cianuración

### **A1.** Clasificación de los minerales auríferos

#### **1. ORO LIBRE**

#### **2. ORO COMBINADO**

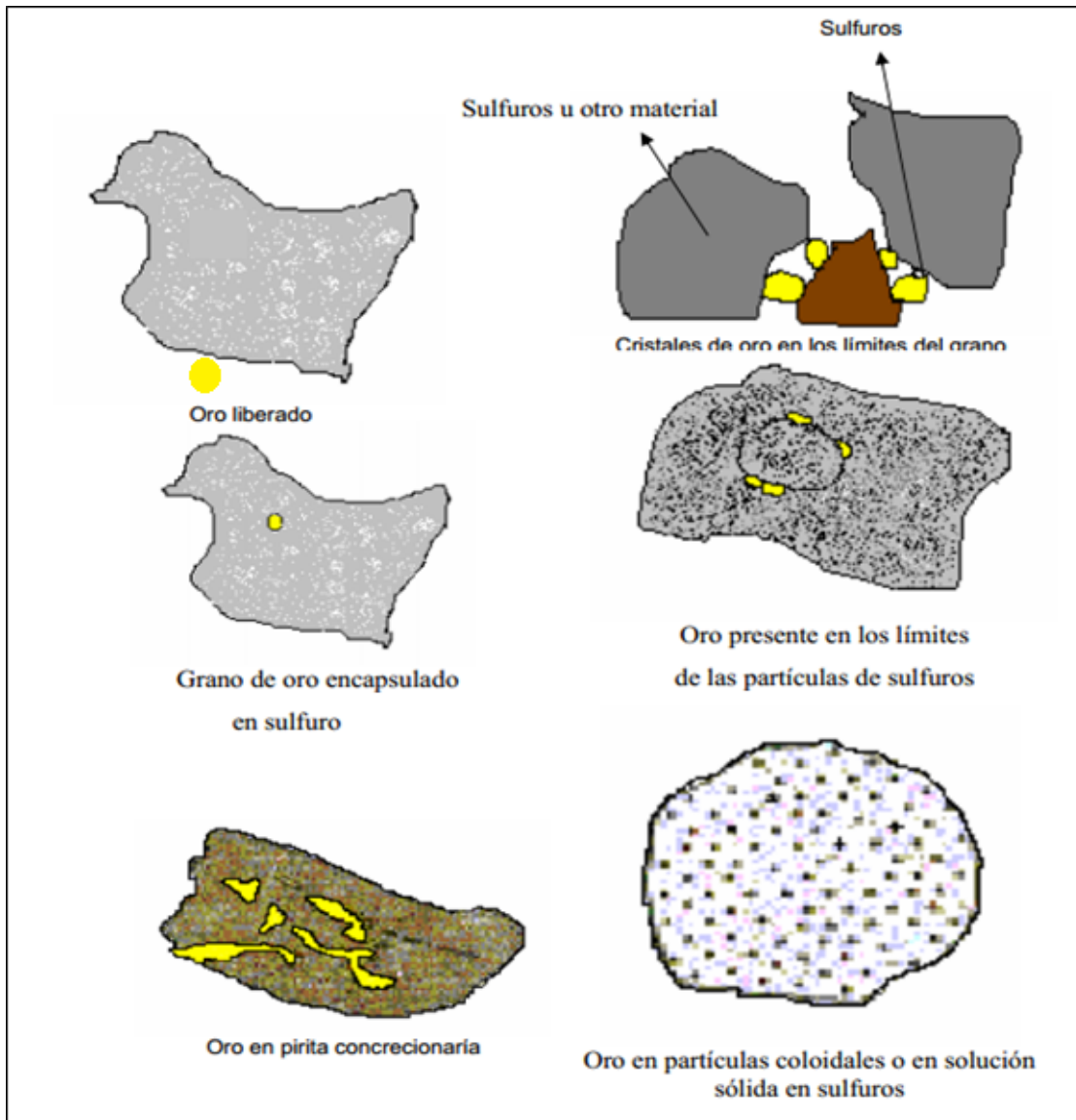
#### **3. ORO ASOCIADO**

- **Sulfuros de hierro (pirita, marcasita y pirrotita)**
- **Sulfuros de arsénico y antimonio (arsenopirita y estibinita)**
- **Sulfuros de cobre (principalmente calcopirita)**
- **Otros sulfuros (galena y blenda) y sulfosales**
- **Óxidos de hierro**
- **Minerales de uranio**
- **Minerales carbonáceos y grafiticos**
- **Silicatos y carbonatos**
- **Minerales micáceos**
- **Minerales de manganeso**

NOTA: La amplia gama puede abarcar combinaciones de uno o de los minerales citados

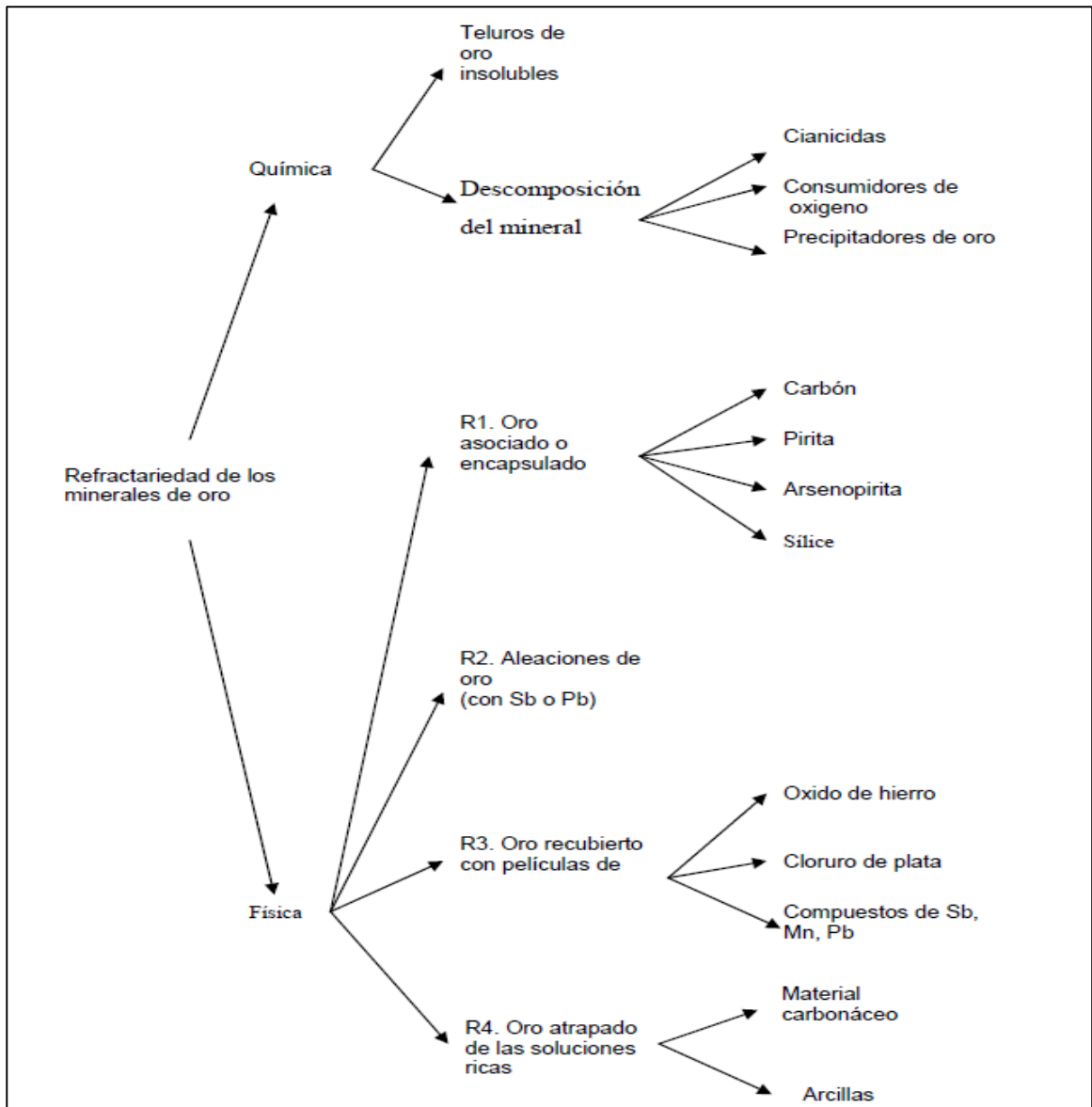
**Fuente:** Instituto Tecnológico Geominero de España. Minería química.1991. Pág. 154

## A2. Tipos de asociación de partículas de oro con sulfuros



**Fuente:** López, Marla Esperanza. La mineralogía de procesos y su aplicación en la cianuración de minerales auroargentíferos. Tesis en Ingeniería Metalúrgica, UIS, 1999. Bucaramanga

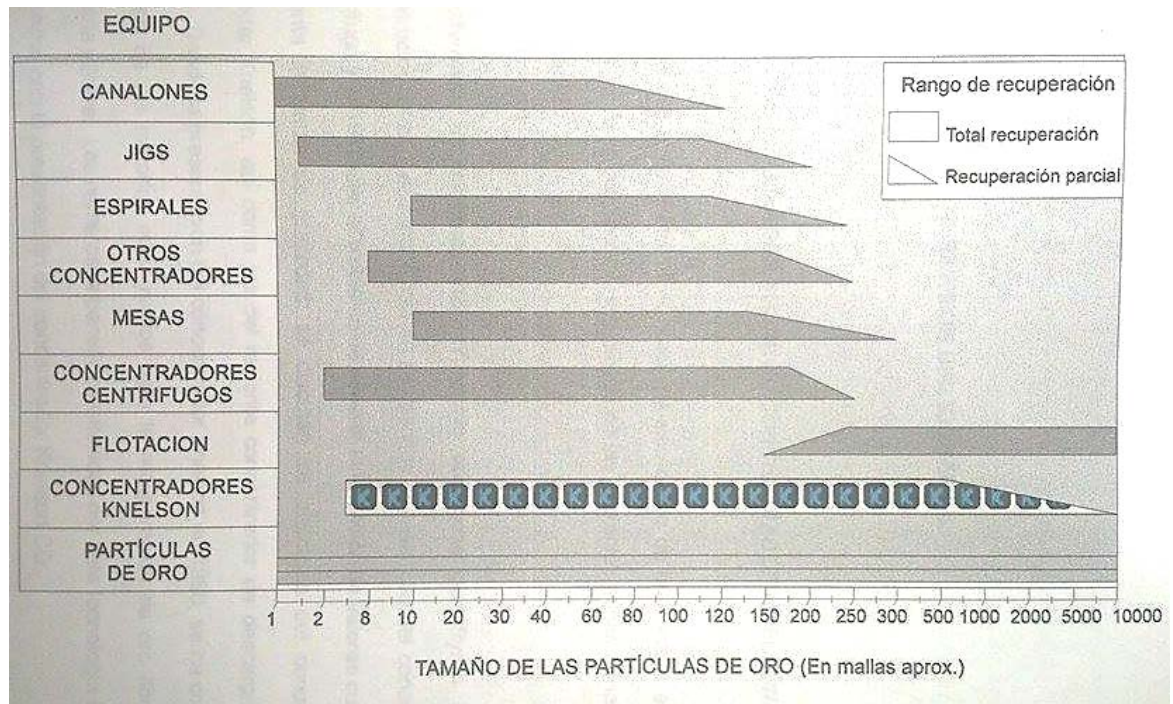
### A3. Clasificación de la refractariedad de los minerales auríferos.



**Fuente:** López, Marla Esperanza. La mineralogía de procesos y su aplicación en la cianuración de minerales auroargentíferos. Tesis en ingeniería metalúrgica, UIS, 1999. Bucaramanga.

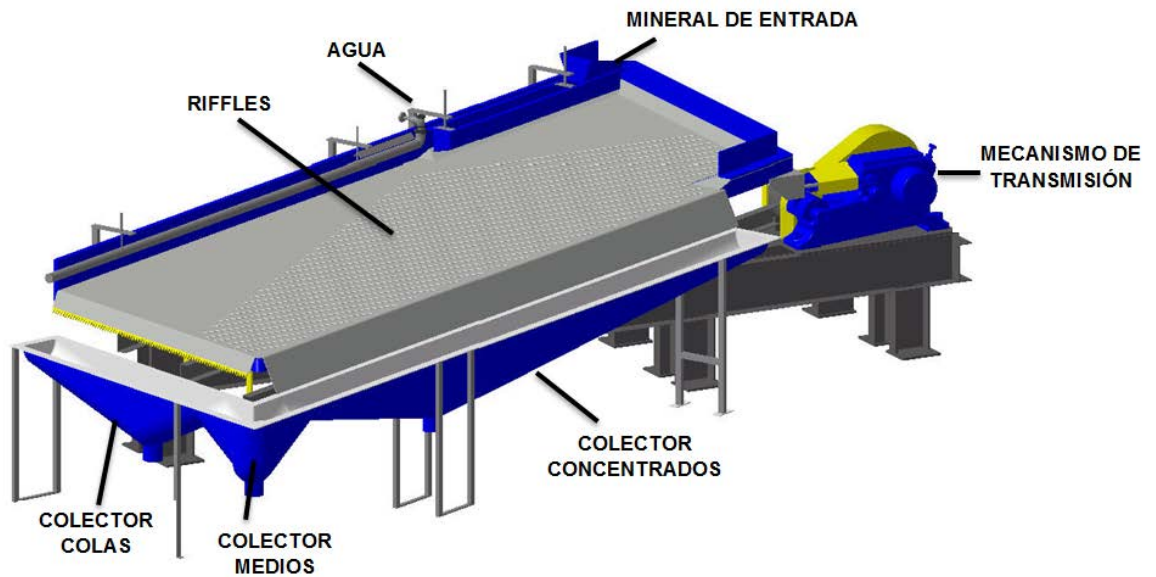
## ANEXO B. Métodos de concentración de minerales

### B1. Métodos de concentración VS Grado de molienda de las menas



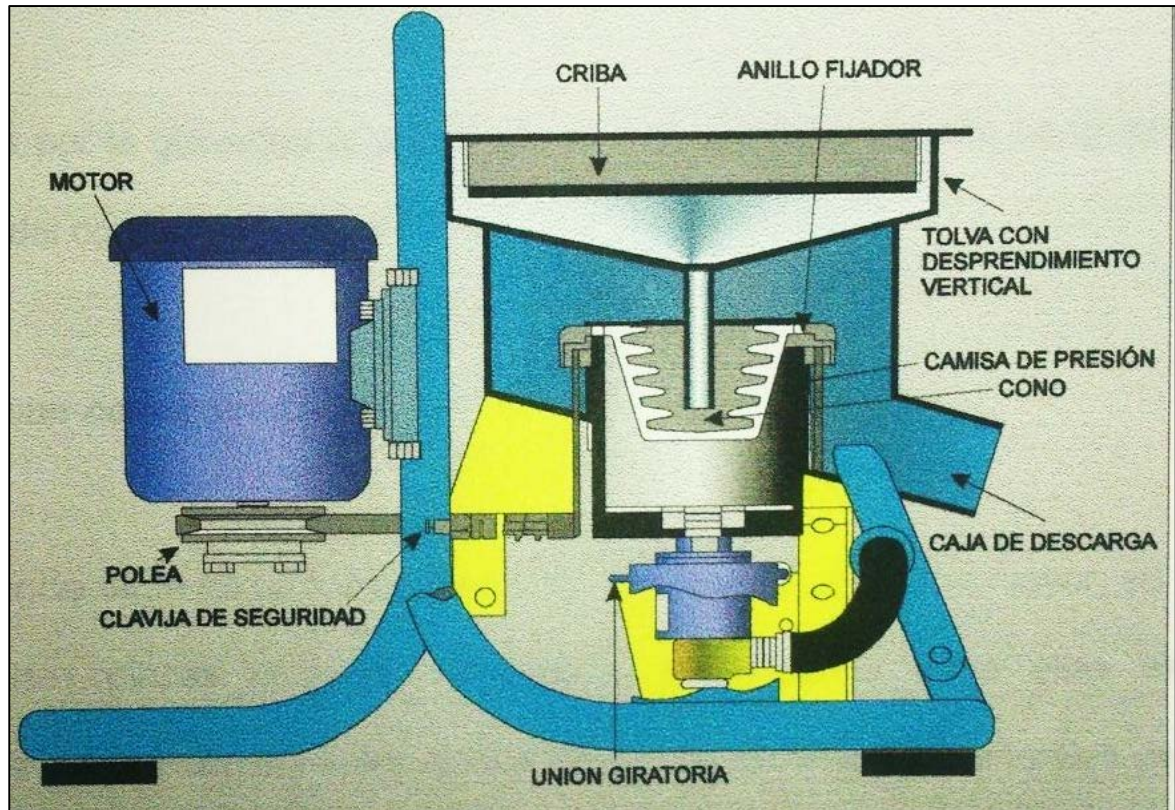
**Fuente:** Contreras Moreno, Rodolfo. Gelves Rodríguez, Carlos. Concentración de las colas de cianuración de la mina reina de oro mediante el uso del concentrador Knelson. Tesis en Ingeniería Metalúrgica, UIS, 1999. Bucaramanga. Pág. 19

## B2. Mesa vibratoria Wilfley



**Fuente:** [Esquema de mesa concentradora *Wilfley*]. Recuperado de <<http://www.holmanwilfley.co.uk/gallery/1/Holman+Unit/25/3D+view+Holman+8000SD>>. [Citado en Enero 20 de 2015]

### B3. Concentrador centrífugo Knelson



**Fuente:** Contreras Moreno, Rodolfo. Gelves Rodríguez, Carlos. Concentración de las colas de cianuración de la mina reina de oro mediante el uso del concentrador Knelson. Tesis en Ingeniería Metalúrgica, UIS, 1999. Bucaramanga. Pág. 35

### **ANEXO C. Muestreo por Cono y Cuarteo.**

El cono y cuarteo es quizás el más antiguo de todos los métodos de muestreo probabilístico. Se ha empleado con lotes de hasta 50 toneladas. Los pasos típicos a seguir para llevar a cabo este procedimiento son tres:

- El material se extiende en una placa lisa de fierro o una superficie de concreto fácil de limpiar. Se apila en forma cónica colocando cada palada exactamente en el ápex. Esta operación se repite 2 o 3 veces con el propósito de dar a las partículas una distribución homogénea respecto a un eje de revolución, esto es, homogeneidad giratoria o simetría respecto al eje vertical.
- El material se distribuye por medio de una pala para formar, primero, un cono truncado y, después, un pastel circular plano, respetando lo más posible la simetría lograda en el primer paso.
- El pastel circular se divide en 4 partes a lo largo de dos diagonales perpendiculares entre sí. Dos cuartos opuestos se separan como muestra y el par restante es el rechazo. [18].

## ANEXO D. Análisis de Ensayo al Fuego



## **ANEXO E. Cianuración en botella rodante**

En una botella con capacidad de 3 Litros se mezclan 500 g del mineral a lixiviar, 10 ml de solución de cianuro de sodio con concentración de 1g/L, el hidróxido de sodio de concentración 1M necesario para ajustar el pH de la mezcla entre 10 - 12 y el agua necesaria para completar 1L de líquido. La finalidad del pH alcalino es evitar la formación de cianuro de hidrogeno, HCN, un gas altamente tóxico. Se agita por 5 minutos para asegurar homogeneidad y se toma una alícuota de 50 ml correspondiente al tiempo inicial (0 h). Con el objetivo de obtener la curva de disolución de oro respecto al tiempo de lixiviación se toman alícuotas para los tiempos correspondientes a 2, 4, 8, 24, 48, 72 y 96 h. La toma de alícuotas se realiza como se describe a continuación: 50 ml de mezcla son extraídos y centrifugados a 3500 rpm durante 5 min, se registra el volumen de licor resultante de la centrifugación. La concentración de cianuro libre se determina por titulación con nitrato de plata usando rodamina como indicador, con el fin de reemplazar el cianuro extraído en la alícuota. Así mismo, se reajusta el pH, se devuelven los sólidos separados por centrifugación y se reemplaza el líquido extraído con agua cuyo pH ha sido ajustado a 12 para mantener las condiciones de volumen constante.

## ANEXO F. Reportes de laboratorios para caracterización del concentrado

### F1. Informe de resultados de Fluorescencia de rayos X

	<b>LABORATORIO DE RAYOS-X</b>	Código: FRINFFRX.01
	<b>INFORME DE RESULTADOS FLUORESCENCIA DE RAYOS-X</b>	Versión: 4
		Página 1 de 3

FECHA	DIA	MES	AÑO	INFORME	INF-168-14-FRX
	09	12	2014		

DATOS DEL CLIENTE			
<b>Empresa</b>	<b>GRUPO DE INVESTIGACION EN MATERIALES, BIOHIDROMETALURGIA Y AMBIENTE-GIMBA</b>		
<b>Nombre</b>	Dr. Julio Elias Pedraza Rosas / Director proyecto de grado		
<b>Dirección</b>	Cra.27 Calle 9 Ciudad Universitaria	<b>Nit o C.C</b>	890.201.213-4
<b>Ciudad</b>	Bucaramanga, Santander	<b>Orden de Compra</b>	
<b>E-mail</b>	<a href="mailto:Silvia.rojas3@correo.uis.edu.co">Silvia.rojas3@correo.uis.edu.co</a>	<b>Teléfono</b>	3133508798

METODOLOGIA DE TRABAJO	
<b>Toma de Datos de Fluorescencia</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- El análisis semicuantitativo se realizó mediante el método QUANT-EXPRESS (parámetros fundamentales) en el rango de sodio (Na) a Uranio (U), en un espectrómetro secuencial de Fluorescencia de rayos-X de longitud de onda dispersiva de 4KW marca BRUKER modelo S8 TIGER.</li> <li>- Tipo de detector: Centelleo (elementos pesados) y Flujo (elementos livianos).</li> <li>- Fuente de rayos-X: Tubo de Rodio (Rh).</li> <li>- Goniómetro: De alta precisión para ángulos theta y 2 theta.</li> </ul>
<b>Tratamiento de la(s) muestra(s)</b>	Perlado <input type="checkbox"/> Prensado <input checked="" type="checkbox"/> Térmico <input type="checkbox"/> Ninguno <input type="checkbox"/> Tamizado <input checked="" type="checkbox"/> Dilución <input type="checkbox"/> Otro <input type="checkbox"/>

TOMA Y ANÁLISIS DE DATOS			
<b>Fecha de Recepción de la(s) Muestra(s)</b>	26/11/2014	<b>Fecha de toma de datos</b>	06/12/2014 09/12/2014
<b>Tipo de Muestra(s)</b>	Mineral	<b>Fecha Análisis de Resultados</b>	09/12/2014

#### RESULTADOS OBTENIDOS

##### I. Muestra Mineral (A0ZL):

Elemento	Número atómico (Z)	Concentración
Si	14	29,19%
Al	13	6,73%
Fe	26	5,15%

Universidad Industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará, Edificio de Investigaciones, Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512  
Apartado Aereo N°678, Email: [fx@uis.edu.co](mailto:fx@uis.edu.co) NIT 890.201.213-4

	<b>LABORATORIO DE RAYOS-X</b>	Código: FRINFFRX.01
	<b>INFORME DE RESULTADOS FLUORESCENCIA DE RAYOS-X</b>	Versión: 4
		Página 2 de 3

Elemento	Número atómico (Z)	Concentración
S	16	4,58%
K	19	2,51%
Ti	22	0,73%
Mg	12	0,38%
Ca	20	0,17%
Na	11	0,14%
Pb	82	0,12%
P	15	0,12%
Ba	56	0,07%
Cu	29	0,05%
Sr	38	0,02%
Cr	24	0,02%
V	23	0,02%
Mn	25	0,01%
Zr	40	0,01%
W	74	0,01%
Zn	30	0,01%
Rb	37	84 mg/Kg
Cl	17	62 mg/Kg
As	33	61 mg/Kg
Ni	28	35 mg/Kg
Ga	31	12 mg/Kg
<i>Balance (O)</i>		---

- Los siguientes elementos fueron detectados, sin embargo no pudieron ser semicuantificados: Y y Nb.


**Nota:**

- Las concentraciones reportadas fueron obtenidas asumiendo una matriz completamente oxidada.

**Observaciones:**

- Los resultados se relacionan únicamente a la muestra analizada.
- La codificación A0ZL hace referencia al código interno dado por el laboratorio de rayos-X.

Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará, Edificio de Investigaciones,  
Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512  
Apartado Aereo N°678, Email: [fx@uis.edu.co](mailto:fx@uis.edu.co) NIT 890.201.213-4

	<b>LABORATORIO DE RAYOS-X</b>	Código: FRINFFRX.01
	<b>INFORME DE RESULTADOS FLUORESCENCIA DE RAYOS-X</b>	Versión: 4 Página 3 de 3

- Si desea expresar su percepción con respecto al presente servicio o ensayo, hágalo por medio del correo electrónico [frx@uis.edu.co](mailto:frx@uis.edu.co) o al PBX: 6344000 Ext. 3512.
- No se debe reproducir el informe de ensayo excepto en su totalidad, sin la aprobación escrita del laboratorio.

Atentamente,


**Elaboró:**

**Qco. John Deiver Bonilla Jaimes**  
 Profesional Analista  
 PQ-4175

**Revisó y aprobó:**

**Dr. José Antonio Henao Martínez**  
 Director Laboratorio  
 PQ-0321

## F2. Informe de resultados de Difracción de rayos X



		<b>LABORATORIO DE RAYOS-X</b>	Código: F-LRX-P-04
			Versión: 02
		INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE RAYOS-X	Página 1 de 3

FECHA	DIA	MES	AÑO	INFORME	INF-507-14-DRX
	09	12	2014		

DATOS DEL CLIENTE			
Empresa	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER ESCUELA DE INGENIERIA QUÍMICA		
Nombre	Dr. Julio Andrés Pedraza Avella		
Dirección	Carrera 27 calle 9, ciudad universitaria	Nit o C.C	890.201-213-4
Ciudad	Bucaramanga, Santander	Orden de Compra	
e-mail	<a href="mailto:apedraza@uis.edu.co">apedraza@uis.edu.co</a>	Teléfono	6344000

METODOLOGIA DE TRABAJO																							
Preparación de la muestra	<ul style="list-style-type: none"> <li>La muestra fue pulverizada en un mortero de ágata y llevada a un tamaño de 38 <math>\mu\text{m}</math> (400 mesh). El espécimen seleccionado de la muestra fue montado en un portamuestra de polimetilmetacrilato (PMMA) mediante la técnica de llenado frontal.</li> </ul>																						
Toma de Datos de Difracción	<ul style="list-style-type: none"> <li>Se realizó en un difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con Geometría DaVinci bajo las siguientes condiciones: <table border="0" style="margin-left: 20px;"> <tr><td>Voltaje</td><td>40(kV)</td></tr> <tr><td>Corriente</td><td>30(mA)</td></tr> <tr><td>Rendija de Divergencia</td><td>0.6mm</td></tr> <tr><td>Rendijas Soller Primario</td><td>2.5°</td></tr> <tr><td>Muestreo</td><td>0.013° 2theta</td></tr> <tr><td>Rango de Medición</td><td>3.5-70° 2theta</td></tr> <tr><td>Radiación</td><td>CuK<math>\alpha</math>1</td></tr> <tr><td>Filtro</td><td>Níquel</td></tr> <tr><td>Detector</td><td>Lineal LynxEye</td></tr> <tr><td>Tipo de barrido</td><td>A pasos</td></tr> <tr><td>Tiempo de muestreo</td><td>0.4 segundos</td></tr> </table> </li> </ul>	Voltaje	40(kV)	Corriente	30(mA)	Rendija de Divergencia	0.6mm	Rendijas Soller Primario	2.5°	Muestreo	0.013° 2theta	Rango de Medición	3.5-70° 2theta	Radiación	CuK $\alpha$ 1	Filtro	Níquel	Detector	Lineal LynxEye	Tipo de barrido	A pasos	Tiempo de muestreo	0.4 segundos
Voltaje	40(kV)																						
Corriente	30(mA)																						
Rendija de Divergencia	0.6mm																						
Rendijas Soller Primario	2.5°																						
Muestreo	0.013° 2theta																						
Rango de Medición	3.5-70° 2theta																						
Radiación	CuK $\alpha$ 1																						
Filtro	Níquel																						
Detector	Lineal LynxEye																						
Tipo de barrido	A pasos																						
Tiempo de muestreo	0.4 segundos																						
Tipo de Análisis	<ul style="list-style-type: none"> <li><b>Análisis Cualitativo</b> El análisis cualitativo de las fases presentes en la muestra se realizó mediante comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del International Centre for Diffraction Data (ICDD).</li> <li><b>Análisis Cuantitativo</b> El análisis cuantitativo de las fases encontradas se realizó mediante el refinamiento por el Método de Rietveld del perfil observado habiéndole agregado a la muestra una cantidad conocida de un estándar interno (Aluminum oxide, Corundum, <math>\alpha</math>-phase) correspondiente al 20%.</li> </ul>																						
Tratamiento de la muestra	Químico <input type="checkbox"/> Térmico <input type="checkbox"/> Ninguno <input checked="" type="checkbox"/>																						

Universidad Industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará, Edificio de Investigaciones, Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512  
 Apartado Aéreo N°678, Email: [rayosx@uis.edu.co](mailto:rayosx@uis.edu.co) NIT 890.201.213-4

		<b>LABORATORIO DE RAYOS-X</b>	Código: F-LRX-P-04
		INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE RAYOS-X	Versión: 02 Página 2 de 3

TOMA Y ANÁLISIS DE DATOS			
Fecha Toma de Datos	09/12/2014	Fecha Análisis de Resultados	09/12/2014
Tipo de Muestra	Mineral	Fecha de Recepción de la Muestra	26/11/2014

### RESULTADOS OBTENIDOS

#### 1. MUESTRA MINERAL (D3BV)

	FASE	NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	52.9 % (0.2)
	Fe S <sub>2</sub>	Pirita	6.9 % (0.1)
	Ti O <sub>2</sub>	Rutilo	<1 %
	K ( Al <sub>1</sub> ( S O <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ( O H ) <sub>4</sub> )	Alunita	4.5 % (0.1)
	Ti O <sub>2</sub>	Anatasa	N.C
	Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ( O H ) <sub>4</sub>	Caolinita	N.C
	K <sub>0.92</sub> Na <sub>0.08</sub> Al <sub>1.78</sub> Fe <sub>0.22</sub> Mg <sub>0.1</sub> ( Al <sub>0.82</sub> Si <sub>3.17</sub> O <sub>10</sub> ) ( O H ) <sub>2</sub>	Moscovita	19.8 % (0.3)
Total Cristalino			84.8 %
Amorfos y otros			15.2 %

**Nota:**


**N.C = No Cuantificable** (La(s) fase(s) son identificadas pero debido a su baja proporción no es posible refinar sus datos cristalográficos necesarios para su respectiva cuantificación)

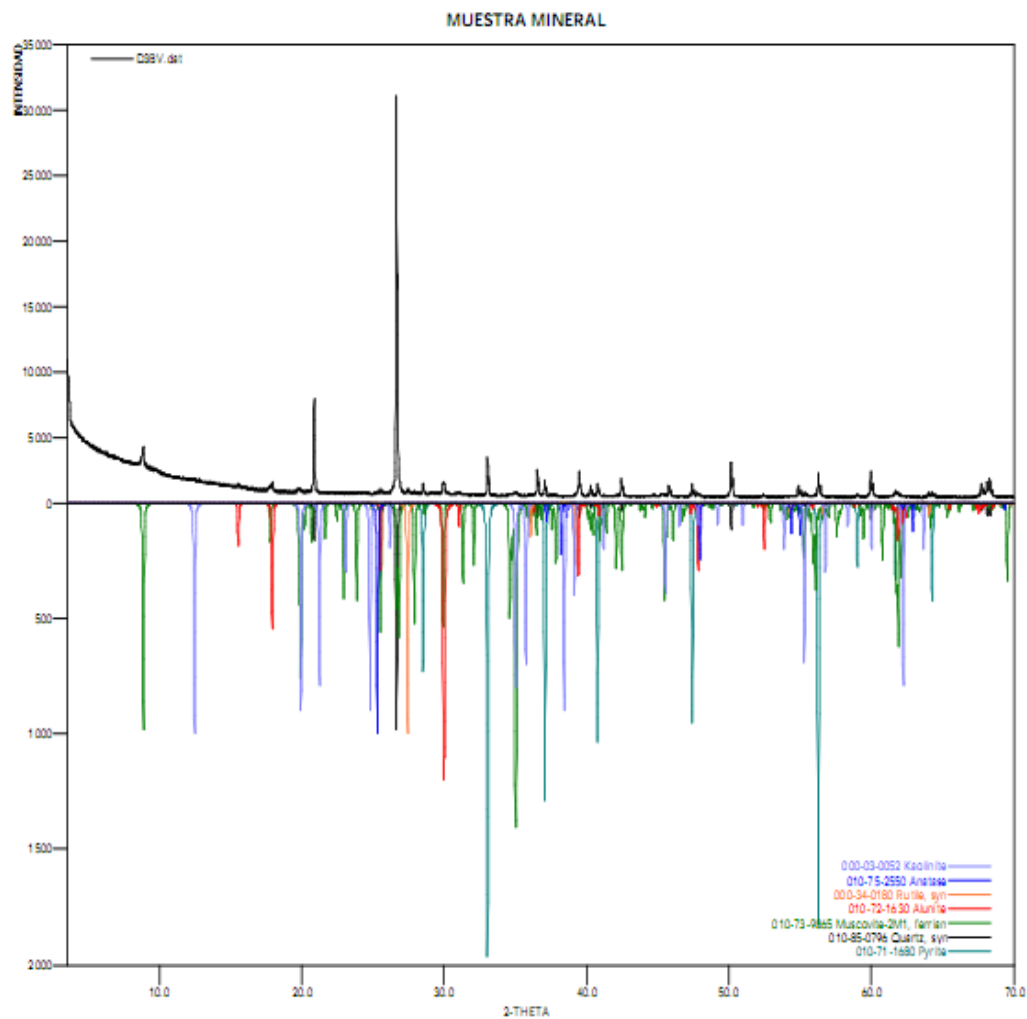
**D.E Desviación estándar** y corresponden a las desviaciones obtenidas durante el proceso de refinamiento mediante el método de Rietveld utilizando el programa especializado RIQAS para análisis cuantitativo

**Observaciones:**

- Los resultados se relacionan únicamente a las muestras analizadas, pasantes de malla 400 mesh.
- Si desea expresar su percepción con respecto al presente servicio o ensayo, hágalo por medio del correo electrónico [rayosx@uis.edu.co](mailto:rayosx@uis.edu.co) o al PBX: 6344000 Ext. 3512.
- No se debe reproducir el informe de ensayo excepto en su totalidad, sin la aprobación escrita del laboratorio.

Universidad Industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará, Edificio de Investigaciones,  
 Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512  
 Apartado Aéreo N°678, Email: [rayosx@uis.edu.co](mailto:rayosx@uis.edu.co) NIT 890.201.213-4

	<b>LABORATORIO DE RAYOS-X</b>	Código: F-LRX-P-04
		Versión: 02 Página 3 de 3
<b>INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE RAYOS-X</b>		



Elaboró:

Revisó y Aprobó:

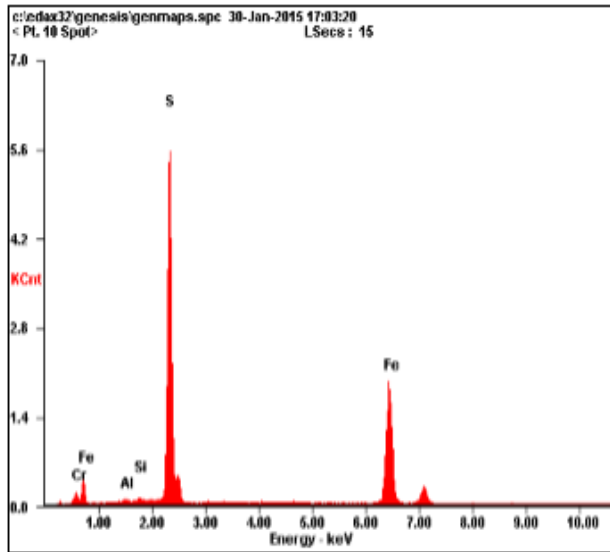
Oco. MSc. José Luis Pinto Camargo  
 Profesional Analista  
 PQ. 2009

Dr. José Antonio Henao Martínez  
 Director Laboratorio  
 PQ. 0321

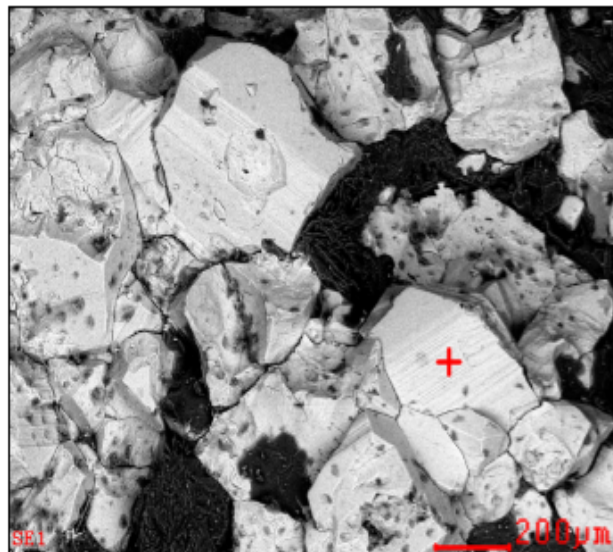
Universidad Industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará, Edificio de Investigaciones,  
 Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512  
 Apartado Aereo N°678, Email: [rayosx@uis.edu.co](mailto:rayosx@uis.edu.co) NIT 890.201.213-4

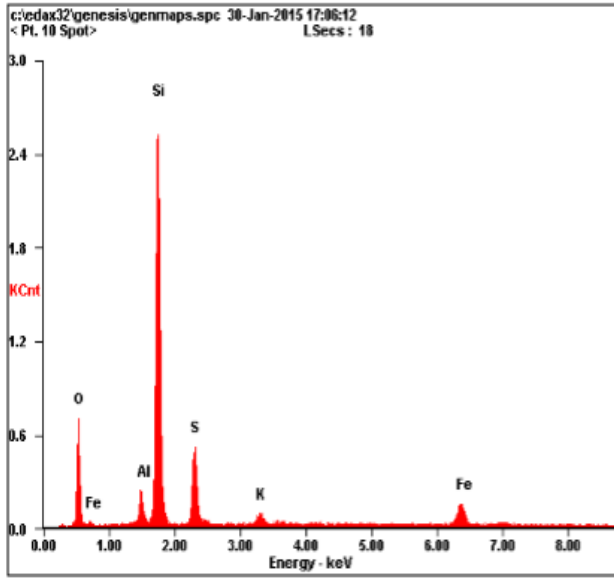
Página 3 de 3

### F3. Informe de resultados de microscopía electrónica de barrido SEM-EDS

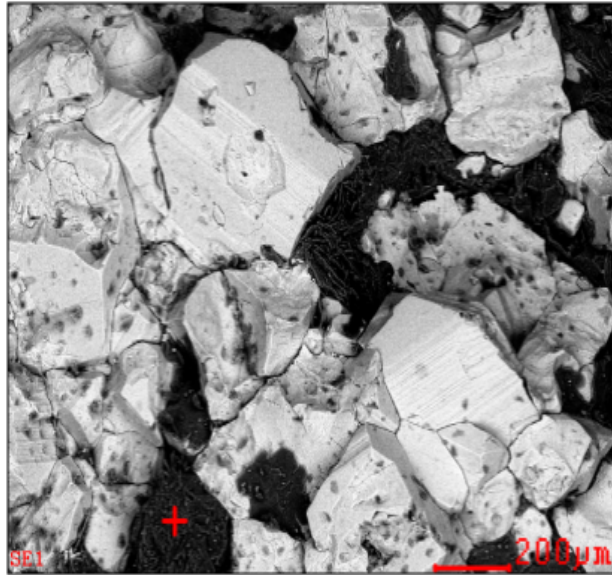


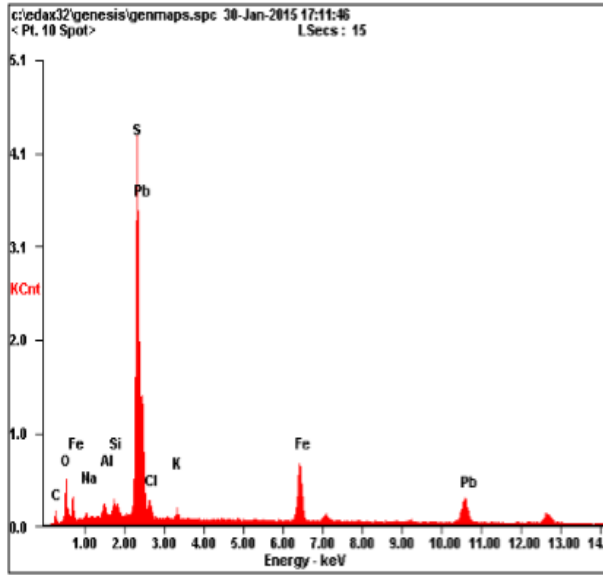
<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CrL</i>	26.51	21.60
<i>AlK</i>	00.44	00.69
<i>SiK</i>	00.48	00.73
<i>SK</i>	38.95	51.47
<i>FeK</i>	33.62	25.50
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF



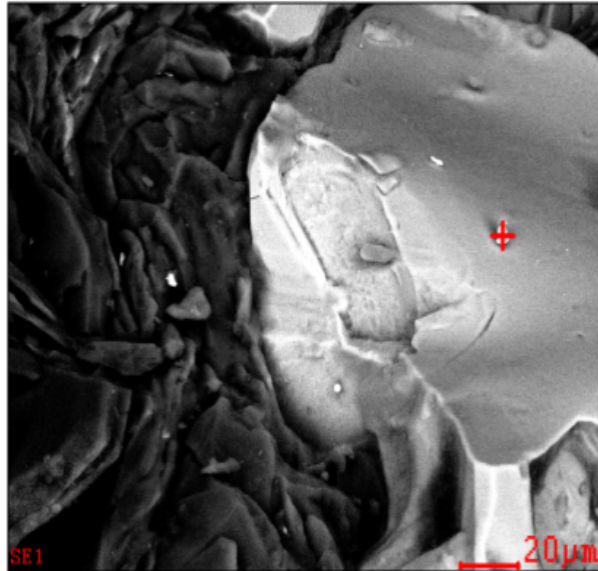


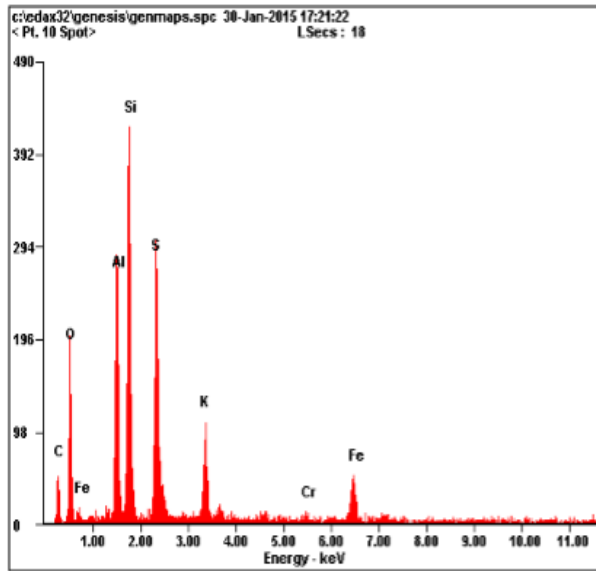
<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>OK</i>	36.64	52.28
<i>AlK</i>	03.65	03.09
<i>SiK</i>	40.51	32.93
<i>SK</i>	11.63	08.28
<i>KK</i>	01.84	01.07
<i>FeK</i>	05.74	02.35
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF



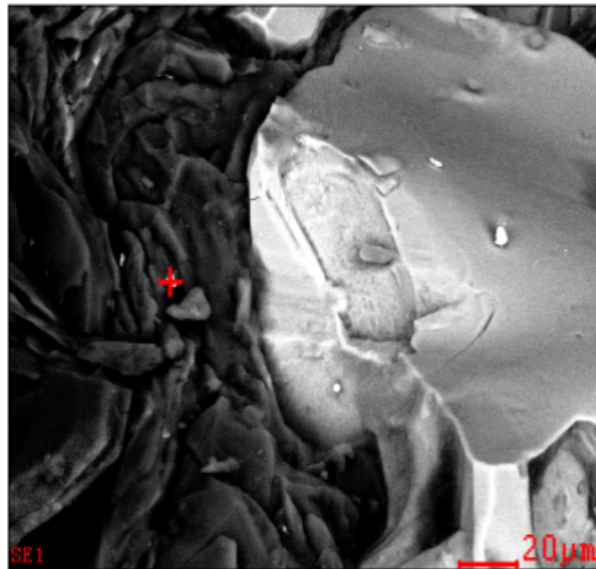


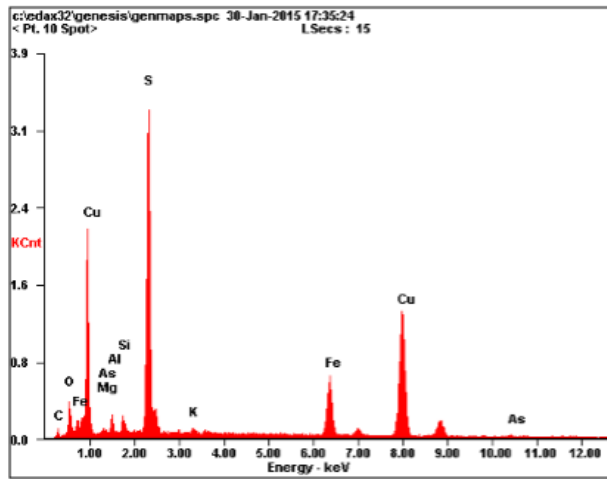
<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	09.28	26.14
<i>OK</i>	14.82	31.35
<i>NaK</i>	00.79	01.16
<i>AlK</i>	01.63	02.05
<i>SiK</i>	01.67	02.01
<i>SK</i>	20.32	21.45
<i>ClK</i>	02.00	01.91
<i>KK</i>	01.20	01.04
<i>FeK</i>	11.30	06.85
<i>PbL</i>	36.99	06.04
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF





<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	22.11	34.97
<i>OK</i>	29.95	35.57
<i>AlK</i>	10.38	07.31
<i>SiK</i>	17.31	11.71
<i>SK</i>	11.82	07.00
<i>KK</i>	03.74	01.82
<i>CrK</i>	00.50	00.18
<i>FeK</i>	04.20	01.43
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF





<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	06.64	17.89
<i>OK</i>	10.44	21.12
<i>MgK</i>	00.00	00.00
<i>AlK</i>	02.73	03.27
<i>SiK</i>	01.93	02.22
<i>SK</i>	29.75	30.03
<i>KK</i>	00.49	00.40
<i>FeK</i>	09.66	05.60
<i>CuK</i>	37.47	19.08
<i>AsK</i>	00.89	00.38
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF



**ANEXO G.** Análisis estadístico del modelo obtenido por correlación de los datos del estudio de oxidación de los concentrados auríferos

Utilizando el software Minitab® V15. (Trial Version) se obtuvo la siguiente correlación de efectos de los niveles de las variables en el porcentaje de hierro disuelto.

$$\begin{aligned} \%Fe \text{ disuelto} = & 6,3123 + 0,9308 * [H_2O_2] + 0,0448 * \text{Agitación} - 0,3262 * Fe^{3+} - \\ & 0,4122 * \%Pulpa + 0,211 * [H_2O_2] * \text{Agitación} + 0,2761 * [H_2O_2] * Fe^{3+} - 0,3917 * \\ & [H_2O_2] * \%Pulpa + 0,446 * \text{Agitación} * Fe^{3+} - 0,7765 * \text{Agitación} * \%Pulpa + \\ & 0,9335 * Fe^{3+} * \%Pulpa + 0,4046 * [H_2O_2] * \text{Agitación} * Fe^{3+} + 0,123 * [H_2O_2] * \\ & \text{Agitación} * \%Pulpa + 0,183 * [H_2O_2] * Fe^{3+} * \%Pulpa + 0,0628 * \text{Agitación} * \\ & Fe^{3+} * \%Pulpa - 0,1142 * [H_2O_2] * \text{Agitación} * Fe^{3+} * \%Pulpa \quad (G1) \end{aligned}$$

El coeficiente de correlación para el modelo anterior es de 98,97%, indicando un muy buen ajuste a los resultados experimentales, sin embargo, debido a la complejidad del modelo y a la dificultad en la explicación fenomenológica de las interacciones de orden superior, se decide optar por un modelo de orden 2 con coeficiente de correlación de 96,4%, indicado en la ecuación G2.

$$\begin{aligned} \%Fe \text{ disuelto} = & 6,3123 + 0,9308 * [H_2O_2] + 0,0448 * \text{Agitación} - 0,3262 * Fe^{3+} - \\ & 0,4122 * \%Pulpa + 0,211 * [H_2O_2] * \text{Agitación} + 0,2761 * [H_2O_2] * Fe^{3+} - 0,3917 * \\ & [H_2O_2] * \%Pulpa + 0,446 * \text{Agitación} * Fe^{3+} - 0,7765 * \text{Agitación} * \%Pulpa + \\ & 0,9335 * Fe^{3+} * \%Pulpa \quad (G2) \end{aligned}$$

Con esta correlación se diseñan el diagrama de Pareto de efectos estandarizados que se presenta en la Figura G1, y la gráfica normal de efectos estandarizados, Figura G2. Así como los diagramas de residuos estandarizados presentados en la Figura G3.

Figura G1. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados.

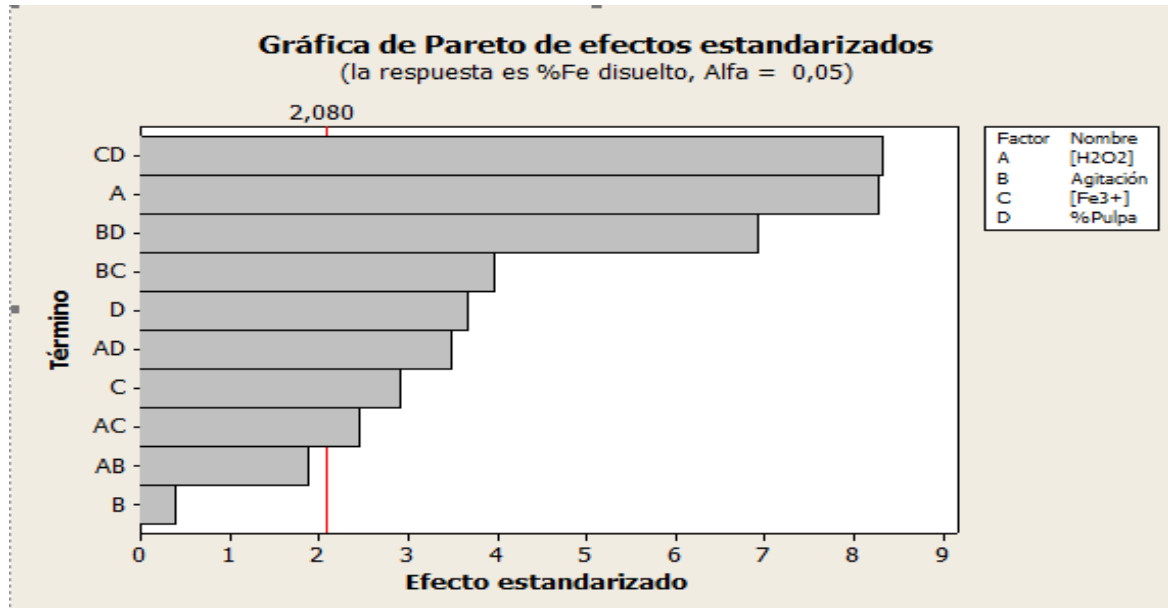
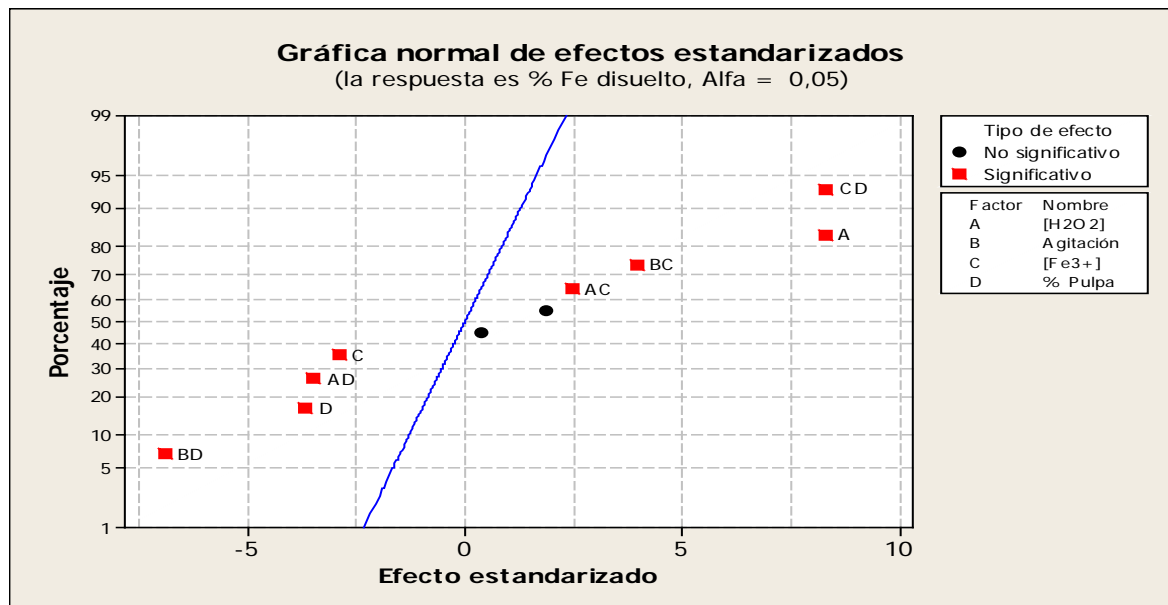
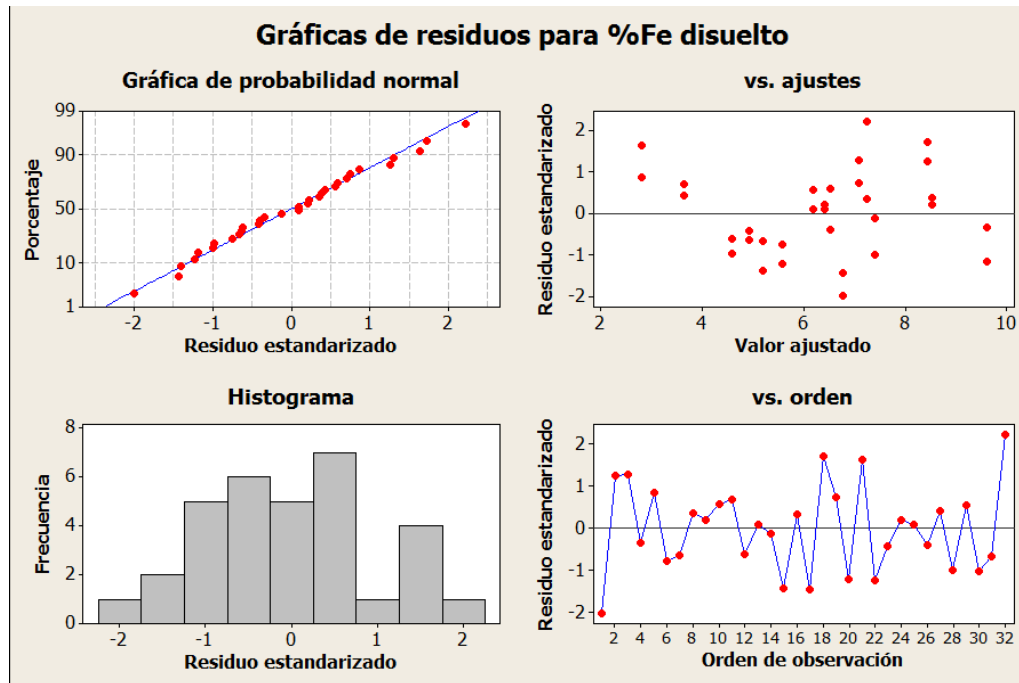


Figura G2. Gráfica normal de efectos estandarizados.



**Figura G3.** Diagramas de residuos estandarizados para la correlación de segundo orden de los resultados del diseño factorial.



En la gráfica de probabilidad normal los residuos parecen seguir una línea recta. No existe evidencia de no normalidad, sesgo, valores atípicos o variables no identificadas. De acuerdo con la gráfica de residuos versus ajustes, los residuos parecen estar dispersos aleatoriamente alrededor de cero. No existe evidencia de varianza no constante, términos faltantes o valores atípicos. La gráfica de residuos versus orden se tienen en cuenta pues las corridas no fueron aleatorizadas, en este caso los residuos parecen estar dispersos aleatoriamente alrededor de cero. No existe evidencia de que los términos de error estén correlacionados entre sí.