

388293

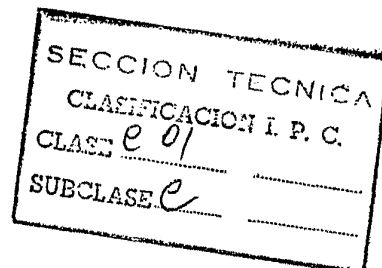
5 MAR



P.- 46.830

Case Nº B-1021

**Memoria descriptiva**



**para solicitar** PATENTE DE INVENCION **por 20 años**

**a nombre de** ENGELHARD MINERALS & CHEMICALS CORPORATION

**entidad / de nacionalidad** norteamericana

**con domicilio en** 113 Astor Street, Newark, Nueva Jersey,  
Estados Unidos de América

**por:** "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE CIANURO DE ORO  
Y AMONIO" (Clase Internacional C01c)

BAD ORIGINAL

388293



ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a un procedimiento -  
para producir cianuro de oro y amonio. Más particularmen  
te, se refiere a un procedimiento de intercambio de io-  
nes para producir cianuro de oro y amonio.

El cianuro de oro y amonio es un compuesto co-  
nocido que tiene utilidad como fuente de oro en las so-  
luciones de chapado con oro (dorado), y se ha encontrado,  
recientemente, que el cianuro de oro y amonio puede uti-  
lizarse como fuente primaria de oro en un baño de chapa-  
do especialmente eficaz. Aunque en el pasado se crefa -  
que el cianuro de oro y amonio podría utilizarse en so-  
luciones de dorado, la práctica comercial ha utilizado  
exclusivamente los cianuros de oro y potasio y de oro y  
sodio debido a su fácil preparación y a su disponibili-  
dad. Si bien la fabricación de cianuro de oro y amonio  
se conoce en la técnica, los métodos de producción del  
complejo son costosos en comparación con la producción  
de cianuro de oro y potasio o sodio. Además, algunos de  
los métodos para producir cianuro de oro y amonio no --  
proporcionan la pureza requerida para uso en baños de --  
electrochapado y en algunos casos el método de produc--  
ción es peligroso por el hecho de que puede formarse --  
fulminato de oro. Como resultado, el cianuro de oro y -  
amonio ha sido demasiado costoso para ser tenido en cuen-  
ta en la práctica comercial del dorado.

El objeto de esta invención es proporcionar -  
un procedimiento nuevo y mejorado, comercialmente fac-  
tible, para producir cianuro de oro y amonio esencial-  
mente puro, y adicionalmente para producir cianuro de -



oro y amonio por un método relativamente no peligroso. Todavía otro objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento de intercambio de iones para producir cianuro de oro y amonio.

5                   Se ha encontrado ahora que el cianuro de oro y amonio puede prepararse por un procedimiento de intercambio de iones. Este procedimiento es sencillo y económico, y comercialmente factible. Además, el cianuro de oro y amonio formado por tal procedimiento es de pureza  
10                   suficiente para ser utilizado eficazmente en un baño -- para la electrodeposición de oro.

#### LA INVENCION

15                   De acuerdo con esta invención, se produce cianuro de oro y amonio por un procedimiento que comprende proporcionar una resina de intercambio de catión en forma amonio y hacer pasar una solución acuosa de un cianuro de oro y un metal alcalino a través de y en contacto  
20                   con tal resina de intercambio de catión en forma amonio, intercambiando así iones amonio de la resina por iones de metal alcalino en la solución y produciendo un efluente que contiene cianuro de oro y amonio.

25                   Con objeto de producir cianuro de oro y amonio que sea esencialmente puro y compatible para soluciones de electrochapado, es preferible comenzar con la forma ácida de una resina de intercambio de catión y -- convertirla en la forma amonio. Asimismo, es un aspecto de esta invención el hecho de que se proporciona una  
30                   resina adecuada de intercambio de catión en forma amonio

388293

5



tanto con respecto a la economía del procedimiento como a la pureza del producto.

5  
10  
15  
20  
25  
30

Generalmente, las resinas de intercambio de catión pueden adquirirse o se pueden convertir fácilmente en la forma hidrógeno. Para convertir la resina en la forma amonio, los iones hidrógeno han de cambiarse por iones amonio. Se encontró que el hidróxido amónico, el reactivo más evidente para tal conversión, era insatisfactorio por el hecho de que la resina se degradaba con demasiada rapidez o la conversión era demasiado engorrosa para ser considerada en la práctica. Al cabo de un pequeño número de ciclos utilizando, por ejemplo,  $\text{NH}_4\text{OH}$  de 5 a 10%, la resina tiende a descomponerse. Se cree que esta degradación es el resultado del calor producido por la reacción de neutralización de  $\text{NH}_4\text{OH}$  con la resina. Cuando se utiliza una solución más diluida, por ejemplo  $\text{NH}_4\text{OH}$  al 4%, el gran volumen de reactivo que ha de utilizarse hace que el procedimiento sea engorroso.

20  
25  
30

Se encontró que las resinas de intercambio de catión en forma hidrógeno se convierten fácilmente en la forma amonio y tienen una larga duración en servicio cuando la conversión se efectúa por intercambio con sales de amonio. Por tanto, una realización preferida de la invención consiste en proporcionar la resina de intercambio de catión en forma amonio haciendo pasar una solución acuosa de una sal de amonio a través de y en contacto con una resina cambiadora de catión en forma hidrógeno, intercambiando así iones hidrógeno de la resina por iones amonio en la solución. Las sales amó-



nicas tales como fosfatos, sulfatos o sulfamatos son --  
ejemplos de compuestos amónicos adecuados para conver--  
sión de la resina en la forma amonio. El sulfamato amó--  
nico es una sal preferida para la conversión, si el cia--  
nuro de oro y amonio producido ha de utilizarse en un -  
5 procedimiento de chapado.

La sal amónica, que se ha utilizado para el -  
intercambio de ión amonio con hidrógeno en la resina, -  
se convierte parcial o totalmente en el ácido. Puede --  
10 utilizarse de nuevo ajustando el pH de la solución eluf--  
da, por ejemplo con  $\text{NH}_4\text{OH}$ . El pH ajustado depende de la  
sal amónica utilizada. Por ejemplo, si se utiliza solu--  
ción acuosa de sulfamato amónico al 10%, el pH se ajusta  
a aproximadamente 5,5.

15 El cianuro de oro y amonio se produce haciendo  
pasar una solución acuosa de cianuro de oro y metal al--  
calino, por ejemplo  $\text{KAu}(\text{CN})_2$  ó  $\text{NaAu}(\text{CN})_2$  a través de y  
en contacto con la resina de intercambio de catión en -  
forma amonio, intercambiándose así iones amonio de la -  
20 resina por iones de metal alcalino en la solución.

La resina de intercambio de catión en forma de  
metal alcalino se regenera por tratamiento con un ácido,  
por ejemplo  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , restableciendo la resina en su forma  
hidrógeno. A continuación, se repite el ciclo de conver--  
25 sión de la resina en la forma amonio.

Adecuadamente, el material de intercambio de  
catión útil para esta invención es una resina de inter--  
cambio de catión en forma hidrógeno que es capaz de pro--  
porcionar iones hidrógeno para su intercambio con iones  
30 amonio en solución. Ejemplos de las resinas de intercam--

388293



5                    die de catión que pueden utilizarse en esta invención  
son copolímeros estireno-divinilbenceno altamente sul-  
fonados. Tales resinas pueden adquirirse comercialmente  
sajo los nombres Amberlite IR-120 (de Rohm and Haas --  
Company), Permutit Q (de The Permutit Company), Dowex -  
50 (de la Dow Chemical Company), y Ionac C-250 (de Io-  
nac Chemical Co.), etcétera. Una resina de intercambio de  
catión preferida para uso en el procedimiento de esta -  
invención es Amberlite IR-120.

10                    Se comprenderá mejor esta invención con refe--  
rencia al dibujo y ejemplo que se acompañan, los cuales  
ilustran una realización preferida de esta invención.

#### DIBUJO

15                    El dibujo es un diagrama esquemático de un -  
procedimiento de intercambio de iones de acuerdo con -  
esta invención. Ilustra la conversión de la resina de -  
intercambio de catión de la forma hidrógeno a la forma  
20                    amonio, la recuperación y reciclo de la sal amónica --  
utilizada en la conversión, la producción de cianuro de  
oro y amonio a partir de una solución que contiene un -  
cianuro de oro y metal alcalino, y la regeneración de -  
la resina para su nuevo empleo.

25                    En el dibujo, la columna de intercambio de -  
iones (1) contiene una resina de intercambio de catión  
(2) inicialmente en forma hidrógeno. Un material de in-  
tercambio de catión preferido es Amberlite IR-120. Una  
solución acuosa de sulfamato amónico (3), por ejemplo -  
30                    aproximadamente al 10%, que se almacena en el recipiente

388293



(4), se hace pasar a través de y en contacto con la resina cambiadora de ión (2) en la columna (1) pasando -- por la tubería (5), válvula (5a) y tubería (6), para - intercambiar los iones amonio en solución por el hidrógeno de la resina, y convertir así la resina de inter-- cambio de catión (2) en la forma amonio. El efluente de la columna (1), es decir, el sulfamato eluido, que está parcial o totalmente convertido en el ácido, se hace pasar por las tuberías (7) y (8) y la válvula (8a) al depósito (9) para transformarlo nuevamente en sulfamato - amónico con  $\text{NH}_4\text{OH}$ (10) que llega por la tubería (11) y - la válvula (11a). Se añade un ligero exceso de  $\text{NH}_4\text{OH}$  al sulfamato eluido para llevar el pH a aproximadamente 5,6, lo que se comprueba mediante el modificador de pH (12). El sulfamato amónico reconstituído se bombea al recipiente (4) pasando por la tubería (13), y está dispuesto para su empleo ulterior.

Una solución acuosa de un cianuro de oro y - metal alcalino (14), por ejemplo,  $\text{KAu}(\text{CN})_2$  al 15% aproximadamente contenida, en el recipiente (15), se hace - pasar por medio de la tubería (16), la válvula (16a) y la tubería (6) a la columna (1), entrando en contacto en ésta con la resina de intercambio de catión (2), que se encuentra ahora en forma amonio, para intercambiar los iones de metal alcalino, por ejemplo el  $\text{K}^+$ , en solución, por iones amonio de la resina. El cianuro de oro y amonio, formado en este procedimiento, se envía al recipiente (17) pasando por las tuberías (7), la válvula (8) y la tubería (19). Un dispositivo detector de pureza (20), por ejemplo un Analizador de Fluorescencia de Rayos X ó

388293



un Analizador de Absorción Atómica, está dispuesto en la tubería (19) con objeto de analizar con respecto a la presencia de iones de metales alcalinos, por ejemplo  $K^+$ . Si el cianuro de oro y amonio tiene la pureza requerida se lleva al depósito de almacenamiento (no representado) por la tubería 21. En el caso de que el cianuro de oro y amonio no sea de pureza suficiente, se hace pasar por la tubería (22) y la válvula (22a) a una columna de refinado de resina intercambiadora de ión (23), que contiene una resina de intercambio de catión en forma amonio (24). El sistema para preparar la resina de intercambio de catión (24) en forma amonio no se representa, pero puede hacerse operar utilizando tuberías de conexión al recipiente (4) y al depósito (9). Generalmente, como máximo únicamente estarán presentes trazas de iones de metales alcalinos en el cianuro de oro y amonio pasado al recipiente (17), y estas trazas se eliminarán en la columna (23). El producto efluente de la columna (23) puede someterse ulteriormente a ensayos de pureza o pasarse directamente al depósito de almacenamiento (no representado) a través de la tubería (25).

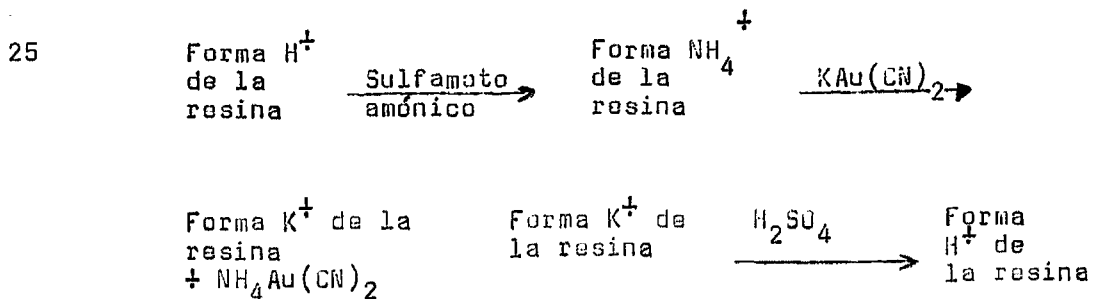
La resina de intercambio de iones (2) que se encuentra en forma de metal alcalino, por ejemplo forma  $K^+$ , después del tratamiento con la solución de cianuro de metal alcalino se regenera luego por tratamiento con un ácido (26), por ejemplo  $H_2SO_4$ , al 5%, pasando el ácido por la tubería (27), la válvula (27a) y la tubería (6) a la columna (1). La sal, por ejemplo  $K_2SO_4$ , formada en la regeneración se vacía de la columna por la tu-



bería (7), la válvula (18), y la tubería (28).

En la columna (1) está dispuesta una zona de rebose (30) por encima de la resina (2). El propósito de la zona de rebose es mantener una altura adecuada -  
 5 de fluido sobre la resina con objeto de evitar la formación de canales por parte de las soluciones, lo cual daría por resultado una conversión incompleta. Las soluciones de rebose se hacen volver a los depósitos respectivos durante cada ciclo de conversión. Por ejemplo, la  
 10 solución de sulfamato amónico se hace volver pasando por la tubería (31), la válvula (32) y la tubería (33) al recipiente (4) durante la conversión de la resina de la forma hidrógeno a la forma amonio; la solución de cianuro de oro y metal alcalino se hace volver pasando por -  
 15 la tubería (31), la válvula (34) y la tubería (35) al recipiente (15) durante el ciclo de producción de cianuro de oro y amonio; y la solución de ácido sulfúrico se hace volver pasando por la tubería (31), la válvula (36) y la tubería (37) al depósito (38) en el ciclo de rege--  
 20 neración.

Las reacciones que tienen lugar en la realización del procedimiento de intercambio de ión que se muestra en el dibujo se pueden representar como sigue:



388293



EJEMPLO

PRODUCCION DE RESINA DE INTERCAMBIO DE ION AMONIADA

5

Una solución acuosa de sulfamato amónico al 10% en peso aproximadamente se hace pasar a través de una columna de intercambio de iones que contiene Amberlite IR-120. La resina es un copolímero altamente sulfonado de estireno y divinilbenceno, que tiene una capacidad de operación de 4,4 miliequivalentes por gramo (base de peso seco), absorbiendo por tanto un máximo de 4,4 miliequivalentes de iones amonio por gramo de resina.

10

15

Los iones amonio de la solución son absorbidos por la resina e intercambiados por iones hidrógeno de la resina, produciéndose así una forma amoniada de la resina. El efluente resultante de la columna, que contiene el sulfamato está total o parcialmente en forma de ácido. El sulfamato acidificado contenido en el efluente se trata con  $\text{NH}_4\text{OH}$  hasta un pH de 5,5-6,0, y el sulfamato amónico regenerado está entonces dispuesto para volver a ser utilizado.

20

25

PRODUCCION DE  $\text{NH}_4\text{Au}(\text{CN})_2$

Una solución acuosa de cianuro de oro y potasio al 15% aproximadamente se hace pasar a la columna que contiene la resina de intercambio de ión amoniada.

30

Los iones potasio son absorbidos por la resina e inter--

388293

5 MAR



5 cambiados por iones amonio de la resina, produciéndose un efluente que contiene cianuro de oro y amonio, el - cual se retira de la columna como una solución acuosa al 9% de cianuro de oro y amonio al caudal de 55,4 mililitros por decímetro cúbico de resina por minuto.

10 La solución de cianuro de oro y amonio preparada de esta manera está virtualmente exenta de ión potasio como se muestra por un ensayo de análisis de absorción atómica. Se evaporó la solución a sequedad, produciéndose un material blanco cristalino que dió 72,90% de Au y 5,90% de  $NH_4$ . Los valores teóricos son 73,76% y 6,78%, respectivamente.

#### REGENERACION DE LA RESINA

15 Una solución al 5% de  $H_2SO_4$  se pone en contacto con la resina de intercambio de catión en forma  $K^+$  - para intercambiar iones hidrógeno por iones potasio. Se utiliza un total de 1,77 litros de ácido por decímetro -  
20 cúbico de resina para asegurar la regeneración sustancial de la resina a la forma hidrógeno. La resina acidificada regenerada puede ponerse en contacto con el sulfamato amónico regenerado y repetirse el procedimiento.

25 Se apreciará que, si bien la presente invención se ha descrito con referencia a realizaciones específicas, pueden hacerse modificaciones y sustituciones sin desviarse del espíritu de esta descripción.

30

2.3.71

388293



REIVINDICACIONES

5                    Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10                    1ª.- Un procedimiento para la producción de cianuro de oro y amonio que comprende: a) proporcionar una resina de intercambio catiónico en forma amónica, haciendo pasar una solución acuosa de una sal de amonio a través de y en contacto con una resina de cambio catiónico en forma hidrógeno, con lo cual se produce el  
15 intercambio de los iones hidrógeno de la resina por los iones amonio de la solución, y b) hacer pasar luego una solución acuosa de un cianuro de oro y metal alcalino a través de y en contacto con la resina de intercambio catiónico en forma amónica, con lo cual se produce el  
20 intercambio de los iones amonio de la resina por los iones de metal alcalino de la solución y se produce un efluente que contiene cianuro de oro y amonio.

25                    2ª.- Un procedimiento de la reivindicación 1ª, en el que la sal amónica es un sulfamato, fosfato, o sulfato.

*Rey*

28-6-73

388293

-2



3<sup>a</sup>.- Un procedimiento de la reivindicación 2<sup>a</sup>,  
en el que la sal amónica es sulfamato amónico.

4<sup>a</sup>.- Un procedimiento de la reivindicación  
1<sup>a</sup>, en el que el cianuro de metal alcalino es cianuro  
5 de oro y potasio.

5<sup>a</sup>.- Un procedimiento de la reivindicación  
1<sup>a</sup>, en el que el cianuro de metal alcalino es cianuro  
de oro y sodio.

6<sup>a</sup>.- Un procedimiento de la reivindicación  
10 1<sup>a</sup>, en el que la resina de intercambio de catión es una  
resina de ácido sulfónico.

7<sup>a</sup>.- Un procedimiento de la reivindicación  
6<sup>a</sup>, en el que la resina de intercambio de catión es un  
copolímero altamente sulfonado de estireno-divinilben-  
15 ceno.

8<sup>a</sup>.- Un procedimiento para la producción de  
cianuro de oro y amonio.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que  
antecede, representado en los dibujos que se acompañen  
20 y para los fines que se han especificado

*Re*

388293



Esta Memoria consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola cara.

*De*

Madrid,

-2 JUL. 1973

P.A.

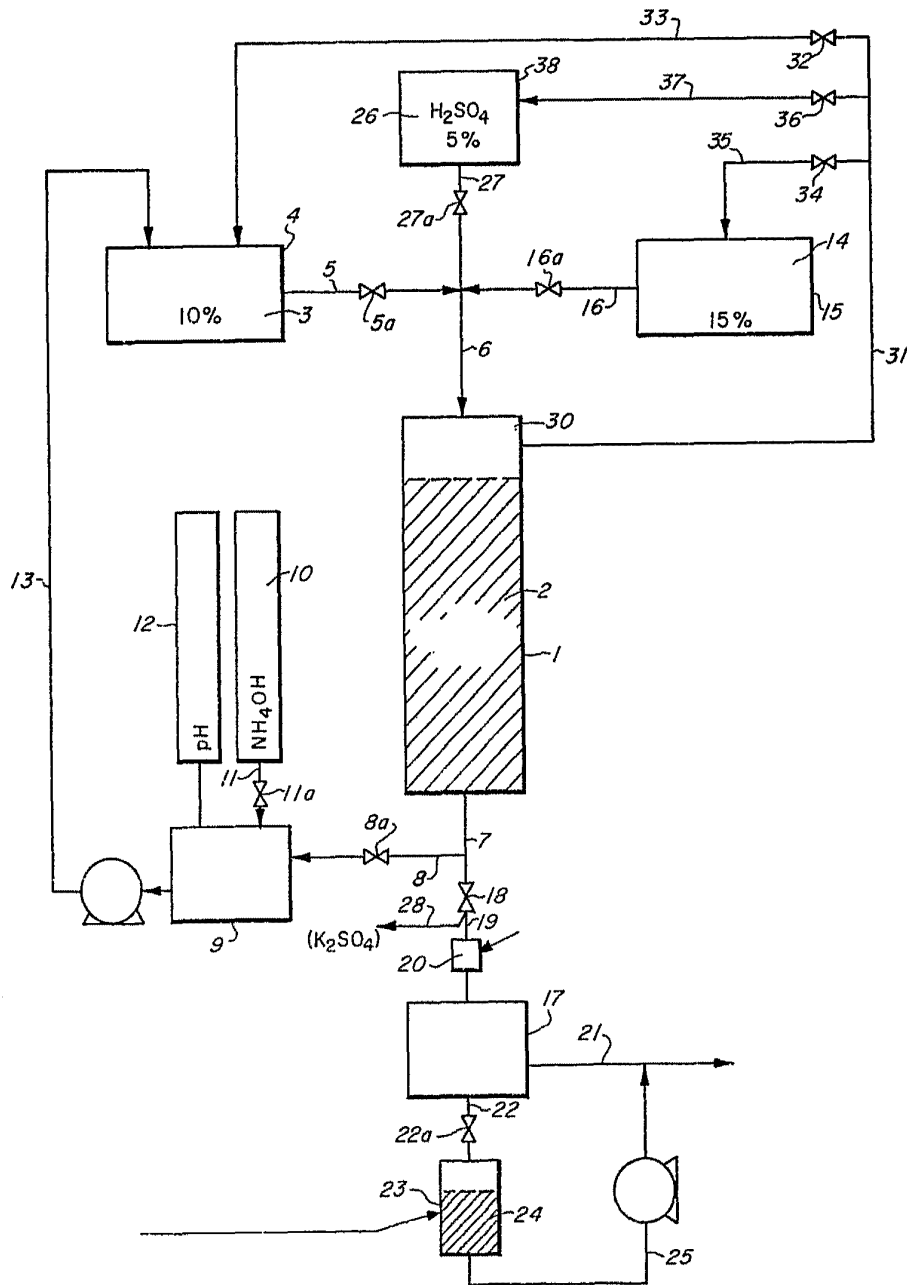
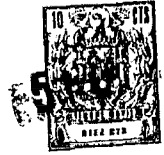
*Alberto de Eizaburu*  
Pct. Pct.

28-6-73

- 14 -

LFG/.

388293



Address: ...  
For further information...