

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

⑪ N° de publication :  
(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

2 515 212

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

⑩

**N° 82 14171**

④ Procédé pour affiner l'or.

⑤ Classification internationale (Int. Cl. 3). C 22 B 11/04, 5/00.

⑥ Date de dépôt ..... 16 août 1982.

⑦ Priorité revendiquée : JP, 22 octobre 1981, n° 56-169027.

⑧ Date de la mise à la disposition du  
public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 17 du 29-4-1983.

⑨ Déposant : Société dite : ASAKA RIKEN KOGYO CO., LTD. — JP.

⑩ Invention de : Keita Yamada et Teiji Numao.

⑪ Titulaire : *Idem* ⑨

⑫ Mandataire : Cabinet Beau de Loménié,  
55, rue d'Amsterdam, 75008 Paris.

La présente invention concerne un procédé pour affiner l'or.

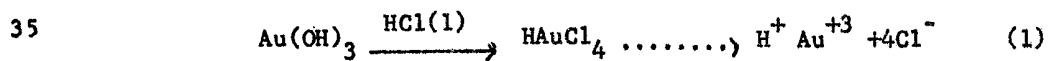
Il existe à ce jour un procédé d'affinage électrolytique pour obtenir de l'or extrêmement pur à partir d'un or brut.

5 Dans le procédé d'affinage électrolytique, on effectue l'électrolyse en utilisant un or brut et une plaque d'or pur respectivement comme anode et comme cathode pour obtenir l'or déposé sur la cathode. Cependant, dans ce cas, la régulation de la solution et notamment la régulation du pH dans une cellule l'électrolyse est 10 difficile. De plus une quantité importante d'impuretés se dissout dans la solution selon la qualité de l'or brut constituant l'anode si bien qu'il est difficile d'obtenir un or très pur.

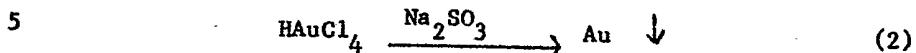
15 De plus, l'affinage de l'or est très long et très coûteux. Par conséquent, un inconvénient de ce procédé est que le coût d'affinage de l'or par unité de poids est élevé.

Pour ces raisons, la demanderesse a précédemment mis au point un procédé d'affinage de l'or par extraction avec un solvant organique.

20 Ce procédé est le suivant : on dissout un or brut ayant une pureté supérieure à 90% dans de l'eau régale. On ajoute un ou plus de deux types d'agents séquestrants tels que l'éthylènediaminetétracétate (EDTA), l'acide tartrique, l'acide citrique ou similaires pour complexer les métaux autres que l'or. Ensuite, on extrait l'acide chloroaurique ( $\text{HAuCl}_4$ ) de ladite solution avec un mélange 25 d'un ou plusieurs types de solvants organiques tels que l'éther, la méthylisobutylcétone ou similaires avec de l'acétate d'isoamyle. Après lavage de ladite solution extraite avec une solution d'acide chlorhydrique, on ajoute une solution d'hydroxyde de sodium ou une solution aqueuse d'ammoniac à ladite solution extraite pour entraîner l'acide chloroaurique ( $\text{HAuCl}_4$ ) dans la solution sous forme d'hydroxyde d'or ( $\text{Au(OH)}_3$ ) dans une phase aqueuse. Après la séparation de ladite 30 phase aqueuse, on rajoute la solution d'acide chlorhydrique à ladite phase aqueuse pour provoquer la réaction suivante correspondant à la formule (1).



Ensuite après avoir chauffé ladite phase aqueuse, on y ajoute un agent réducteur (par exemple  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) pour précipiter l'or selon la formule (2) suivante :



Le procédé d'extraction avec un solvant organique décrit ci-dessus permet une régulation facile des stades, un affinage peu coûteux et permet d'obtenir de l'or très pur par rapport au procédé d'affinage habituel par électrolyse. Par conséquent ce procédé d'extraction avec un solvant organique est en soi utile. Cependant ce procédé d'extraction comporte un stade de traitement alcalin dans lequel l'hydroxyde d'or ( $\text{Au}(\text{OH})_3$ ) adhère à la paroi d'un réacteur ce qui réduit le rendement en or. De plus on doit utiliser de l'eau régale pour éliminer cet hydroxyde d'or adhérant ce qui rend difficile l'automatisation de la totalité du stade.

10 Pour ces raisons, la demanderesse a procédé à des examens complémentaires. A la suite de ces examens, la demanderesse a découvert un nouveau procédé dans lequel, après l'extraction de l'acide chloraurique avec un agent organique, on lave ladite solution extraite avec de l'acide chlorhydrique puis on ajoute un agent à 15 ladite solution extraite directement en supprimant le stade de traitement alcalin pour obtenir ainsi l'or selon la réaction de la formule (2) ci-dessus.

20 Les détails de l'invention sont illustrés par l'exemple 25 qui suit.

On dissout de l'or brut ayant une pureté d'environ 95% dans une eau régale présentant un rapport de  $\text{HNO}_3/\text{HCl}$  de 1/4. Après avoir chauffé cette solution, on laisse l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique libres s'évaporer avec les vapeurs à une température de la solution d'environ 100 à 130°C. Après évaporation, on laisse la solution refroidir. On soumet ensuite la solution à une filtration avec aspiration avec un entonnoir de Büchner ou similaires pour éliminer les résidus insolubles de la solution traitée avec l'eau régale. Au filtrat ainsi obtenu, on ajoute un agent séquestrant tel que l'éthylènediaminetétraacétate (EDTA), l'acide tartrique, l'acide citrique ou similaires. Donc l'hydrophilie des

métaux, tels que l'argent, le plomb, le platine, le fer, le cuivre et similaires qui sont des impuretés autres que l'or, s'accroît ce qui empêche que ces métaux soient transférés dans le solvant organique. Il est nécessaire d'ajuster la normalité de ladite solution 5 ajoutée de l'agent séquestrant pour accroître l'effet de chélation de l'agent séquestrant selon un procédé ordinaire. Par exemple on ajuste la solution dans la gamme de 4 à 6 N avec de l'acide chlorhydrique 5 à 12 N.

Ensuite on verse ledit filtrat dans une cuve 10 d'agitation pour extraire l'acide chloroaurique par addition d'un solvant organique tel que la méthylisobutylcétone, l'éther éthylique ou un agent mixte constitué de méthylisobutylcétone et d'acétate d'isoamyle. Bien que l'or soit dissous sous forme d'acide chloroaurique ( $\text{HAuCl}_4$ ) dans l'eau régale, il est plus stable dans un solvant organique que dans une solution aqueuse car il y existe sous forme d'une association ionique de  $\text{HAuCl}_4$ . Il est souhaitable que le solvant organique utilisé pour cette extraction ait des caractères tels que (1) l'antipyrolyse, (2) une forte alcalinité, (3) un faible taux de toxicité, (4) un point d'éclair élevé et (5) une gamme 15 étendue de sélectivité relativement à l'extraction de l'or. Par conséquent on peut choisir de façon appropriée un type de solvant organique tel que l'éther ou la méthylisobutylcétone, etc. ou un solvant mixte constitué de l'un de ces solvants et de l'acétate d'isoamyle selon les impuretés en solution, le pH ou la température de la solution. Le solvant le plus souhaitable est la méthylisobutylcétone ou 20 un solvant mixte constitué de méthylisobutylcétone et d'acétate d'isoamyle. Le solvant mixte constitué de méthylisobutylcétone et d'acétate d'isoamyle présente comme caractéristiques par rapport à la méthylisobutylcétone d'être capable d'extraire sélectivement les 25 métaux trivalents tels que l'or, le fer, etc., mais de ne dissoudre qu'à peine les métaux divalents tels que le platine ou monovalents tels que l'argent.

Après achèvement de l'extraction, on lave la 30 phase organique pour éliminer les impuretés, par exemple par addition d'une solution d'acide chlorhydrique 5 à 8 N et de préférence 7 N.

Ensuite on ajoute de l'eau pure (eau traitée par échange d'ions) audit solvant organique pour l'agiter.

Pendant l'agitation, on ajoute un type de poudre réductrice tel que du sulfite de sodium, du borohydrure de sodium, de l'acide oxalique, de l'acide formique ou similaires. Dans ce cas il n'est pas nécessaire d'effectuer séparément l'addition de 5 l'eau pure et de l'agent réducteur comme décrit ci-dessus et on peut les ajouter sous forme d'une solution de l'agent réducteur contenant ces deux matières.

L'addition de l'agent réducteur provoque la réaction de ladite formule (2) si bien que l'acide chloroaurique est 10 réduit en or et entraîné dans la phase aqueuse.

L'or entraîné dans la phase aqueuse est soumis à une filtration avec aspiration avec un entonnoir de Büchner ou similaires pour séparer l'or. L'or ainsi séparé est lavé avec de l'acide chlorhydrique et de l'eau. L'or est ensuite séché, fondu 15 et coulé dans un moule pour produire de l'or solide.

Les impuretés principales présentes dans l'analyse de l'or ainsi affiné sont les suivantes :

20	Ag	Pb	Pt	Fe	Cu
Pureté standard (99,99%)	+++	+++	++	++	++
Exemple comparatif	+++++	++++	+++	++++	++++
Invention	++	++	++	+	++

25 Remarque 1 : Le tableau ci-dessus résulte de l'analyse spectrochimique d'émission de l'or.

Remarque 2 : Plus le nombre de + correspondant à l'argent, au plomb, au platine, au fer et au cuivre augmente, plus les impuretés augmentent par rapport à la pureté de 99,99% prise comme standard et par 30 conséquent plus la pureté de l'or diminue.

Remarque 3 : L'exemple comparatif du tableau correspond à un or brut utilisé dans l'invention.

Comme le montre le tableau ci-dessus, selon le procédé d'affinage de l'or de l'invention, on peut obtenir de l'or ayant une pureté extrêmement élevée.

En d'autres termes, lorsqu'on compare l'or de l'invention à l'or ayant une pureté standard de 99,99%, il est confirmé que l'or de l'invention contient moins d'impuretés telles que l'argent, le plomb, le fer et similaires et est plus pur.

De plus, les coûts d'investissement des cellules d'électrolyse, des redresseurs et similaires que nécessite le procédé d'électroaffinage sont inutiles. On peut donc produire de l'or avec un appareil très simple et à bas prix.

De plus lorsqu'on compare le procédé de l'invention au procédé classique, non seulement le nombre de stades est moindre, mais également le coût de l'hydroxyde de sodium ou de l'ammoniac disparaît car il n'existe pas de stade utilisant un alcalin. On peut donc produire de l'or très pur à bas prix et rapidement.

De plus, comme le stade dans lequel on utilise un alcali peut être supprimé, comme décrit ci-dessus dans l'invention, le stade de lavage de  $\text{Au(OH)}_3$  avec de l'eau régale est inutile.

Le procédé d'affinage de l'or selon l'invention a une grande efficacité fonctionnelle et son intérêt pratique est important.

Bien entendu diverses modifications peuvent être apportées par l'homme de l'art aux dispositif ou procédés qui viennent d'être décrits uniquement à titre d'exemple non limitatif sans sortir du cadre de l'invention.

REVENDICTIONS

1. Procédé pour affiner l'or, caractérisé en ce qu'il comprend les stades de : dissolution d'un or brut ayant une pureté supérieure à 90% dans de l'eau régale ; addition d'un ou plus de deux types d'agents séquestrants choisis parmi l'éthylènediaminetétracétate (EDTA), l'acide tartrique, l'acide citrique ou similaires pour complexer les métaux autres que l'or ; extraction de l'acide chloroaurique de ladite solution de dissolution avec un solvant organique choisi parmi l'éther ou la méthylisobutylcétone ou un mélange d'acétate d'isoamyle et d'un d'entre eux ; lavage de ladite solution extraite avec de l'acide chlorhydrique ; puis entraînement de l'or dans une phase aqueuse par addition d'un agent réducteur et d'eau pure ou d'une solution d'agent réducteur à ladite solution extraite.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la solution d'agent réducteur est choisie parmi une solution de sulfite de sodium, de borohydrure de sodium, d'acide oxalique ou d'acide formique.