



(12)

**SOLICITUD de PATENTE**

(43) Fecha de publicación: **17/06/2002** (51) Int. Cl.<sup>5</sup>: **C22B 11/08**  
(22) Fecha de presentación: **06/12/2000**  
(21) Número de solicitud: **PA00012067**

(71) Solicitante:  
**CENTRO DE INVESTIGACION Y DE ESTUDIOS  
AVANZADOS DEL I.P.N.\***  
Av. Instituto Politecnico Nacional, No.  
2508 07360 Distrito Federal MX

(72) Inventor(es):  
**JESUS GONZALEZ HERNANDEZ**  
Av. Instituto Politecnico Nacional, NO.  
2508 Distrito Federal 07360 MX

(74) Representante:  
**PATRICIA GAYTAN GUZMAN**  
Av. I.P.N. 2508 Distrito Federal 07360 MX

(54) Título: **PROCESO PARA LA OBTENCION DE PLATA EN POLVO O EN BARRAS A PARTIR DE FUENTES  
PRIMARIAS O SECUNDARIAS.**

(54) Title: **A PROCESS FOR OBTAINING SILVER POWDER OR SILVER INGOTS STARTING FROM PRIMARY OR  
SECONDARY SOURCES.**

(57) Resumen

En la presente patente se describe un proceso sencillo no contaminante, para la recuperación de plata a partir de fuentes primarias o secundarias de este metal. El proceso, se inicia con la disolución de la plata. Cuando se quiere recuperar el metal a partir de fuentes primarias es preferible solubilizarlo con el uso de cianuro de sodio o de potasio; mientras que cuando se quiere recuperar a partir de fuentes secundarias (escorias, radiografías, etc.) se debe utilizar la disolución con ácido nítrico diluido. Una vez que se tiene la plata en solución, se le agrega el catalizador y posteriormente se procede a la precipitación de la plata introduciendo un electrodo metálico que puede ser de silicio, Fe-Sn, aluminio, zinc o cobre. El producto final es plata metálica en barras con una pureza mayor al 99 %, la que depende del número de lavados y del proceso de fusión del metal. Se pueden también obtener polvos finos de plata o suspensiones de plata realizando la dispersión en un molino SPEX de alta energía. Cuando se realiza la recuperación de la plata a partir de fuentes primarias, el proceso tiene que llevarse a cabo en tanques cerrados para evitar las fugas del ácido cianhídrico, altamente tóxico. A pesar de la limitante anterior, la ventaja de este proceso, sobre los procesos convencionales es que la recuperación de cada uno de los subproductos, disminuyendo los costos de operación y evitando la contaminación del medio ambiente.

(57) Abstract

The present invention discloses a non-polluting simple process, for silver recovery starting from primary or secondary sources of this metal. The process initiates with the silver dissolution. When it is desired to recover the metal starting from primary sources it is preferably to solubilize it with the use of sodium or potassium cyanide; while when it is desired to recover the metal starting from secondary sources (slags, radiographies, etc.) it must be use the dissolution with diluted nitric acid. Once the silver is in the solution, a catalyst is added and subsequently the silver precipitation is performed introducing a metallic electrode which can be of silicon, Fe-Sn, aluminum, zinc or copper. The final product is metallic silver ingots with purity higher than 99%, which depends on the number of washes and on the process of metal melting. It can also be obtained fine silver powder or silver suspensions performing the dispersion in a high energy SPEX mill. When the silver recovery starting from primary sources is done, the process has to be carried out in closed tanks in order to avoid leaks of highly toxic hydrocyanic acid. Despite of the previous

limiting, the advantage of this process in comparison with the conventional ones is that the recovery of each of the by-products decreases the operation costs and avoids the pollution of the environment.

## PROCESO PARA LA OBTENCION DE PLATA EN POLVO O EN BARRAS A PARTIR DE FUENTES PRIMARIAS O SECUNDARIAS

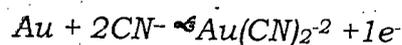
### AREA DE LA INVENCION

5 El área de la invención es la de la fabricación de nuevos materiales y específicamente se relaciona con un proceso para la obtención de partículas en tamaño nanométrico o micrométrico de plata y a partir de estas partículas obtener la plata metálica en barras (volumen).

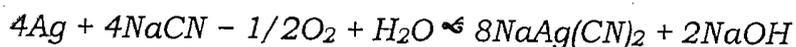
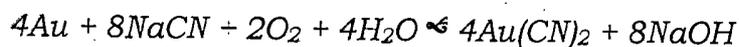
### ANTECEDENTES DE LA INVENCION

10 De acuerdo con la presente invención, se describe un proceso novedoso para la recuperación de plata a partir de fuentes primarias o secundarias de este metal. La solubilización de la plata depende de la fuente, que puede ser  
15 primaria; como un mineral, o secundaria; como un material de recicló o una escoria.

El proceso de extracción más importante para el oro y la plata a partir de fuentes primarias es el de cianuración/precipitación con polvo de zinc. El  
20 proceso se basa en la disolución de estos metales en una solución diluída de cianuro de sodio o de potasio<sup>(1, 2)</sup>. En realidad el proceso de cianuración es una reacción de oxido-reducción que se expresa por las siguientes ecuaciones:



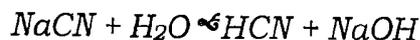
25 La lixiviación se efectúa en la presencia de oxígeno y por eso se representa de la siguiente manera:



35 Algunas veces los concentrados que provienen de algún proceso gravimétrico o de flotación también se tratan con una solución más concentrada de cianuro.

En el proceso siempre existe la posibilidad de hidrólisis del cianuro, que  
40 depende principalmente del contenido de álcali libre, por esta razón siempre tiene que mantenerse una alcalinidad protectora, que se logra adicionando en

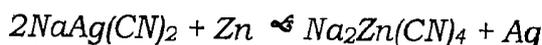
el molino de bolas alguna cantidad de cal. La hidrólisis del cianuro se representa por la siguiente reacción:



que procede con un consumo de cianuro, aparte de representar un riesgo para el manejo si la reacción se realiza en tanques abiertos.

La recuperación de la plata y del oro a partir de la solución de cianuro se logra por precipitación con zinc, previa clarificación y deaereación de la solución para evitar las pérdidas de zinc por oxidación.

La precipitación de la plata con zinc se realiza de acuerdo a las siguientes reacciones para el caso del oro y la plata:



El precipitado en polvo de los metales se lava, se funde y se envía a refinación. La cinética y los mecanismos de disolución de estos metales por el cianuro ha sido objeto de extensos estudios en la literatura<sup>(3, 4)</sup>.

La plata también se puede solubilizar a partir de fuentes secundarias por la formación de nitrato de plata con una solución diluida de ácido nítrico. La plata normalmente se recupera a partir de las disoluciones ácidas por electrólisis; pero también se puede realizar por cementación con algunos metales. La cementación es un término que se usa para describir la precipitación electroquímica de un metal, usualmente a partir de una solución acuosa de sus sales, por un metal más electropositivo. Las reacciones de este tipo han sido usadas ampliamente en la industria por largo tiempo, no solo para la recuperación de valores metálicos; sino también para la purificación de corrientes de un proceso<sup>(5)</sup>. Como ejemplo de esto último se tiene la remoción de iones de cobre y cadmio a partir de corrientes de flujo electrolítico de sulfato de zinc. La recuperación de subproductos de tales impurezas metálicas valiosas puede ser muy rentable. Cabe mencionar que aún cuando las reacciones de cementación se han usado en escala industrial por mucho tiempo, continuamente se están introduciendo procesos novedosos que involucran etapas de cementación. Además, el tratamiento de efluentes de las plantas de refinación de metales y de otras plantas productoras de metales adquiere cada día más importancia a medida que la gente llega a estar más consciente de los problemas ambientales.

Por otro lado, en la literatura<sup>(6, 7, 8)</sup> con frecuencia se reportan nuevos métodos de preparación de dispersiones coloidales de metales que pueden obtenerse en solventes acuosos y no acuosos. Tal es el caso de los coloides de plata que se han preparado en solventes orgánicos como el acetonitrilo y el propan-2-ol. El interés que se ha mantenido en la actualidad para la preparación de partículas metálicas coloidales se debe a que este tipo de partículas exhiben propiedades únicas debido a su tamaño, por ejemplo la susceptibilidad electrónica y la relajación de resonancia magnética dependen en gran medida del tamaño de partícula. Las nanopartículas han encontrado un enorme interés en física, química, biología y medicina: son catalizadores ideales para muchas reacciones orgánicas y son candidatos potenciales para usarse como materiales avanzados. Cabe mencionar que las dispersiones coloidales deben cumplir con ciertos requisitos estrictos de tamaño de partícula, forma uniforme y una distribución estrecha de tamaño de partícula.

Existe una variedad muy amplia de industrias, desde la metalurgia de polvos, químico-farmacéutica, petroquímica, biotecnológica aeroespacial y otras, que requieren de diferentes tipos de polvos metálicos. Las características fisico-químicas y morfológicas de estos materiales y su aplicación dependen en gran manera del método empleado para su obtención.

Cabe mencionar que la preparación de estas partículas exige condiciones muy especiales, por ejemplo para acelerar la velocidad de producción la temperatura se tiene que incrementar desde ambiente hasta arriba de los 100 °C. También los reactivos utilizados como solventes y como protectores de la superficie de las partículas son demasiado caros.

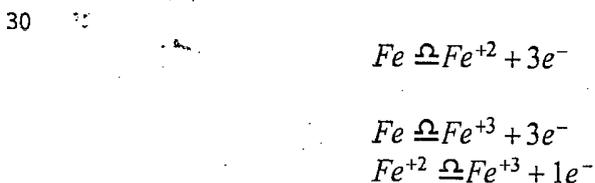
Se puede realizar la reducción de la plata en solución con ciertos compuestos orgánicos<sup>(9, 10, 11, 12)</sup> o con compuestos inorgánicos<sup>(13)</sup> y a temperaturas de 500 a 600 °C para obtener partículas finas del metal.

La recuperación de la plata puede realizarse también por cementación con un electrodo de hierro o de silicio para obtener polvo fino nanométrico o micrométrico que puede precipitarse en una masa esponjosa que posteriormente se funde para formar barras. Las partículas finas, nano o micrométricas, pueden suspenderse en una solución acuosa para formar dispersiones coloidales.

## DESCRIPCION DEL PROCESO

En el proceso se parte de una solución acuosa o de otro solvente, por ejemplo una mezcla de etilén glicol y etanol u otro alcohol, de un compuesto soluble del metal, por ejemplo nitrato de plata. Una vez que se tiene este compuesto, se le adiciona ácido fluorhídrico grado reactivo en una relación de 0.0016 ml por ml de solución. La reacción se inicia una vez que se introduce un electrodo de metal. Este se selecciona de acuerdo a la serie electroquímica de los metales; es decir el metal que se va a reducir debe estar arriba del metal del electrodo. Se sabe que la plata no es soluble en una solución de cloruros o ácido clorhídrico mientras que es soluble en una solución de nitratos o ácido nítrico, que se genera durante la precipitación del metal. Para el caso del electrodo es también muy importante el potencial de oxidación, entre mayor sea éste es mejor, para lograr una buena cinética de oxidación y por tanto de reducción del metal. El material del electrodo también va a afectar el costo del proceso y el tipo de contaminante que se tendrá en la solución y su posterior recuperación. Al introducir el electrodo se inicia la precipitación del metal en la forma de una masa esponjosa. Si se quieren obtener partículas coloidales del metal, antes de iniciar la reacción se debe adicionar una cantidad de un polímero dispersante como la polivinilpirrolidona, grenetina, un ácido carboxílico o cualquier otro en la relación necesaria para recubrir las partículas generadas del metal. Para el caso de la PVP una relación de 0.105 gr de PVP/gr de plata es suficiente para la obtención de partículas nanométricas. También a partir de la masa esponjosa obtenida del material precipitado se pueden obtener las partículas micrométricas por dispersión en un molino SPEX.

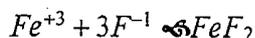
La cinética del proceso de reducción de la plata se basa en la activación del electrodo por medio del ión flúor. Se sabe que el flúor es un oxidante fuerte y por tanto propicia la formación de la forma oxidada del hierro de acuerdo a las siguientes reacciones:

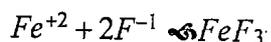


La reacción de descomposición del ácido fluorhídrico se establece de la siguiente manera:



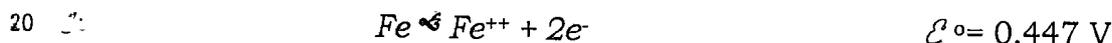
El ión flúor reacciona con el hierro de acuerdo con las siguientes ecuaciones:





En la reacción del hierro con el flúor se establece un equilibrio dinámico y si bien es cierto que el  $FeF_2$  o el  $FeF_3$  son ligeramente solubles, el equilibrio se ve desplazado hacia la izquierda una vez que el ión flúor reacciona con más hierro, con formación de nueva cuenta de otra cantidad adicional de ión flúor. Cabe notar que el ión flúor actúa realmente como catalizador, tomando en cuenta la cantidad mínima que se agrega del mismo y que la reacción procede hasta que la mayor parte de la plata metálica se agota. La única limitante del proceso es la difusión de los iones  $Ag^+$  y de los iones  $F^-$  a la superficie del electrodo, que se dificultan a medida que el ión plata se agota. La influencia del ión flúor queda claramente establecida cuando se utiliza un electrodo de silicio metálico. En este caso es muy probable la formación del ácido fluosilícico, que es bastante soluble. Sin embargo la cinética de formación de este compuesto es bastante lenta en solución acuosa.

La obtención de la plata es una reacción de oxido-reducción, donde el potencial estándar de la celda a 25 °C se establece de la siguiente manera (13, 14):



De la combinación de cada una de las reacciones para formar hierro (II) o hierro (III) con la reacción para la formación del ión plata se obtiene la reacción y el potencial para la celda. El mínimo potencial se obtiene al combinar la reacción de la media celda de la plata con la media celda para la formación del ión Fe(III):



este potencial es el mínimo obtenible; sin embargo es suficiente para llevar a cabo la reacción. De acuerdo con el signo de la reacción ésta es espontánea; sin embargo para llevarla a cabo se requieren tiempos demasiado largos, que son notablemente disminuídos por la presencia del catalizador.

Por otro lado, durante la formación de las partículas finas de plata, éstas tienen una alta tendencia a formar aglomerados esponjosos, que se recuperan

en el fondo del recipiente de reacción, para su posterior fusión y recuperación del metal en forma de barras. A partir de los aglomerados, se puede aumentar la pureza del metal por lavados sucesivos con agua destilada, desionizada u otro solvente que puede ser acetona, un alcohol o mezcla de alcoholes. Después de 5 realizar lavados sucesivos con el solvente, posteriormente se redispersa el metal en otro solvente orgánico como alcohol o en agua. La pureza del material obtenido es mayor al 99.0 % para cada caso. Con la presencia de un poco del ión hierro, la plata puede adquirir una débil carga positiva y de esta manera reaccionar con los grupos carboxílicos de la gretina, de la PVP o de los ácidos 10 carboxílicos y de esta manera dispersarse en el solvente. El hierro puede ser el producto de la reacción del electrodo, controlando la concentración de este ión en la etapa de lavado del metal, o realizando un lavado exhaustivo y posteriormente adicionando concentraciones apropiadas del mismo.

15 En la Fig. 1 se muestra el esquema del proceso que puede utilizarse cuando se recupera plata a partir de fuentes primarias. En el proceso esquematizado se muestra como puede regenerarse el cianuro de sodio, disminuyendo los costos por consumo de este reactivo, los costos por la destrucción del mismo presente en la solución descargada y la contaminación del ambiente.

20 El proceso se simplifica cuando se recupera la plata a partir de fuentes secundarias como se muestra en la Fig. 2.

A la solución libre de la plata se le puede añadir una cantidad estequiométrica 25 de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , para precipitar el ión flúor como  $\text{CaF}_2$  y eliminar éste en filtros de cartucho. El resto de la solución se lleva a un secador flash para la recuperación del hierro como óxido de hierro de alta pureza y la regeneración del ácido nítrico para usarse de nuevo en el proceso. Otra alternativa sería la de recuperar el nitrato de hierro(III) utilizando para tal propósito un 30 cristizador.

El óxido de hierro recuperado se utiliza en la fabricación de imanes y en la producción de pinturas. Se puede también hacer uso de un cristizador para recuperar el nitrato de hierro como cristales hidratados de óxido de hierro, y a 35 partir de estos por un posterior calentamiento se obtiene el óxido férrico. La recuperación final de la plata y de los diferentes subproductos se esquematiza en la Fig. 3.

40 Cuando se utilizan electrodos de otros metales, por ejemplo de aluminio, cobre o zinc, con los que se obtiene una cinética de reducción más rápida, las sales de estos compuestos también se pueden recuperar en un cristizador. También se pueden recuperar los óxidos de estos metales utilizando un

secador flash, con regeneración del ácido correspondiente. Cabe resaltar que por economía es preferible usar electrodos de Fe-Sn.

En resumen, se presenta aquí un proceso novedoso (que implica una oxidoreducción) para la recuperación de la plata a partir de fuentes primarias y secundarias, en volumen o la transformación en partículas finas nano o micrométricas de plata en solución acuosa. Cabe señalar que el proceso facilita la recuperación de cada uno de los subproductos, disminuyendo los costos de operación y evitando la contaminación del medio ambiente.

#### EJEMPLO 1

En la Fig. 4 se muestra la velocidad de reacción para la recuperación de la plata a partir de una fuente secundaria utilizando un electrodo de silicio, para una concentración  $\text{AgNO}_3$  de 0.2258 N. Se observa que para recuperar el 97.1 % de la plata con un área de  $11.2 \text{ cm}^2$  se necesitan unos 300 min, para una producción de 173 mg de plata/ $\text{cm}^2$ . Se prefiere este electrodo cuando la plata se va utilizar para la obtención de un producto final donde la contaminación por sílice no represente un problema. La reacción no es muy sensible a los cambios ligeros de temperaturas, de esta manera se puede realizar a temperatura ambiente sin necesidad de energía adicional para el proceso. La reacción es exotérmica con un  $\Delta H_{298\text{K}}$  de  $-7032.63 \text{ cal}$ . También a partir de los datos de la reacción a diferentes temperaturas se determinó la energía de activación del proceso en un gráfico de Arrhenius, la que resultó ser de  $-7475.32 \text{ cal}$ .

#### EJEMPLO 2

En la Fig. 6 se muestra la velocidad de reacción para la recuperación de la plata a partir de una fuente secundaria utilizando un electrodo de Fe-Sn, para una concentración  $\text{AgNO}_3$  de 0.2258 N. Se observa que para recuperar el 98.7 % de la plata para un área de electrodo de  $11.2 \text{ cm}^2$  se necesitan solamente 10 min, para una producción de 173 mg de plata/ $\text{cm}^2$ . Se prefiere este electrodo cuando se requieren velocidades de producción altas y la contaminación por sílice no represente un problema. También la reacción no es muy sensible a los cambios ligeros de temperaturas, de esta manera se puede realizar a temperatura ambiente sin necesidad de energía adicional para el proceso. La reacción es más exotérmica que para el caso del electrodo de silicio con un  $\Delta H$  de  $-33756.90 \text{ cal}$ . También a partir de los datos de la reacción a diferentes temperaturas se determinó la energía de activación del proceso en un gráfico de Arrhenius, la que resultó ser de  $7961.68 \text{ cal}$ , semejante al caso en que se usa electrodo de silicio.

### EJEMPLO 3

Utilizando los resultados para la producción de plata con electrodo de Fe-Sn se logra una suspensión de plata coloidal. Después de realizar la reacción se obtienen 173 mg de plata/cm<sup>2</sup> de área de electrodo, los que se precipitan al fondo de la solución. Este material se lava con agua desionizada hasta que solo quedan pequeñas trazas del ión hierro. Posteriormente se le agrega 30 ml de agua y se le añaden entre 0.2 a 0.4 gr de polivinilpirrolidona (PVP) o de grenetina granulada. Posteriormente se somete a 15 min de dispersión en molino SPEX de alta energía con 30 % del volumen de bolas de vidrio o de zirconia. Después que se saca del molino se le añade un volumen de agua para obtener una concentración final deseada de sólidos. También si no importa la presencia de iones de hierro, se puede añadir directamente en el molino de dispersión la cantidad de PVP o grenetina mencionada, consiguiéndose de esta manera una buena dispersión. Probablemente el ión hierro Fe(III) y la plata forman enlaces débiles y el conjunto reacciona con los grupos hidrofílicos de la PVP o la grenetina.

## REIVINDICACIONES

Lo que se reivindica en la presente invención es lo siguiente:

1. Un proceso sencillo no contaminante, para la recuperación de plata a partir de fuentes primarias o secundarias de este metal. El producto final es plata metálica en barras con una pureza mayor al 99 %, la que depende del número de lavados y del proceso de fusión del metal. Cuando se realiza la recuperación de la plata a partir de fuentes primarias, solubilizando el metal con cianuro de sodio o potasio, el proceso tiene que llevarse a cabo en tanques cerrados para evitar las fugas del ácido cianhídrico, altamente tóxico. A pesar de la limitante anterior, una ventaja de éste proceso, sobre los procesos convencionales es que facilita la recuperación de cada uno de los subproductos, disminuyendo los costos de operación y evitando la contaminación del medio ambiente.
2. Un proceso sencillo no contaminante, para la recuperación de plata a partir de fuentes primarias o secundarias de este metal. El producto final es plata metálica micrométrica cuyo tamaño depende del tiempo de dispersión en el molino. La pureza de la plata es mayor al 99 %, dependiendo del número de lavados y de la pureza misma del solvente utilizado.
3. Un proceso sencillo no contaminante, para la recuperación de plata a partir de fuentes primarias o secundarias de este metal. El producto final es plata metálica nanométrica en suspensión cuyo tamaño depende del tiempo de dispersión en el molino. La pureza de la plata es mayor al 99 %, dependiendo del número de lavados y de la pureza misma del solvente utilizado.
4. Un proceso sencillo no contaminante, para la recuperación de plata a partir de fuentes primarias o secundarias de este metal. El producto final es plata metálica micrométrica en suspensión con un concentración del ión Fe(III) controlada dependiendo del número de lavados y de la cantidad de solvente de lavado. La pureza de la plata depende de la concentración del ión Fe(III) presente en el producto final.
5. Un proceso sencillo no contaminante, para la recuperación de plata a partir de fuentes primarias o secundarias de este metal. El producto final es plata metálica nanométrica en suspensión con una concentración del ión Al(III) o Zn(II) o Cu(II) controlada dependiendo del número de lavados y de la cantidad de solvente de lavado. La pureza de la plata depende de la concentración del ión presente en el producto final.

## RESUMEN DE LA INVENCION

En la presente patente se describe un proceso sencillo no contaminante, para la recuperación de plata a partir de fuentes primarias o secundarias de este metal. El proceso se inicia con la disolución de la plata. Cuando se quiere recuperar el metal a partir de fuentes primarias es preferible solubilizarlo con el uso de cianuro de sodio o de potasio; mientras que cuando se quiere recuperar a partir de fuentes secundarias (escorias, radiografías, etc.) se debe utilizar la disolución con ácido nítrico diluído. Una vez que se tiene la plata en solución, se le agrega el catalizador y posteriormente se procede a la precipitación de la plata introduciendo un electrodo metálico que puede ser de silicio, Fe-Sn, aluminio, zinc o cobre. El producto final es plata metálica en barras con una pureza mayor al 99 %, la que depende del número de lavados y del proceso de fusión del metal. Se pueden también obtener polvos finos de plata o suspensiones de plata realizando la dispersión en un molino SPEX de alta energía. Cuando se realiza la recuperación de la plata a partir de fuentes primarias, el proceso tiene que llevarse a cabo en tanques cerrados para evitar las fugas del ácido cianhídrico, altamente tóxico. A pesar de la limitante anterior, la ventaja de éste proceso, sobre los procesos convencionales es que facilita la recuperación de cada uno de los subproductos, disminuyendo los costos de operación y evitando la contaminación del medio ambiente.

## REFERENCIAS CITADAS

1. Szczygiel Jordens Z., Torres Reyes A., Metalurgia no Ferrosa, de. Limusa Wiley México, 1984, 321-323.
2. Contreras Castro D., Experimentación de Minerales de Oro y Plata por el Proceso de Cianuración, Comisión de Fomento Minero, Boletín No. 8, México D.F., 1960.
3. Hedley N., Tabachnik H., Chemistry of Cyanidation, Mineral Dressing Notes, American Cyanamid Company, No. 23, 1968.
4. Schlitt W.J., Larson W.C., Hishey J.B. Editors, Gold and Silver Leaching, Recovery and Economics, Proceedings from 110th AIME Meeting, Chicago, 1981.
5. Wadsworth M.E., Davis F.T. Editors, International Symposium on Hydrometallurgy in Unit Process in Hydrometallurgy, Gordon and Breach Publishers, Dallas, Texas, 1963, 292-329.
6. Figlarz M., Fievet F. and Lagier J.P., Preparation of Controlled size Metal Powders in Micronic and Submicronic range: A New Process from Polyol Solutions, MRS International Manufacturing on Advanced Materials, Vol. 3, Materials Research Society, 1989.
7. Silvert P.Y., Herrera-Urbina R., Duvauchelle N., Vijayakrishnan V. and Tekaia-Elhsissen K., Preparation of Colloidal Silver Dispersions by the Polyol Process, Part 1: Synthesis and Characterization, J. Mater. Chem., Vol. 6, No. 4, 1996, 573-577.
8. Silvert P.Y., Herrera-Urbina R., and Tekaia-Elhsissen K., Preparation of Colloidal Silver Dispersions by the Polyol Process, Part 1: Mechanism of Particle Formation, J. Mater. Chem., Vol. 7, No. 2, 1997, 293-299.
9. U.S.A. Patent Number 4331714
10. U.S.A. Patent Number 3940261
11. U.S.A. Patent Number 4456474
12. U.S.A. Patent Number 4039327
13. CRC Handbook of Chemistry and Physics, CRC Press, 67th Edition, Boca-Raton Fl. U.S.A., 1986-1987.
14. Maron S.H., Prutton C.F., Fundamentos de Fisicoquímica, Limusa-Wiley, México, 1974.

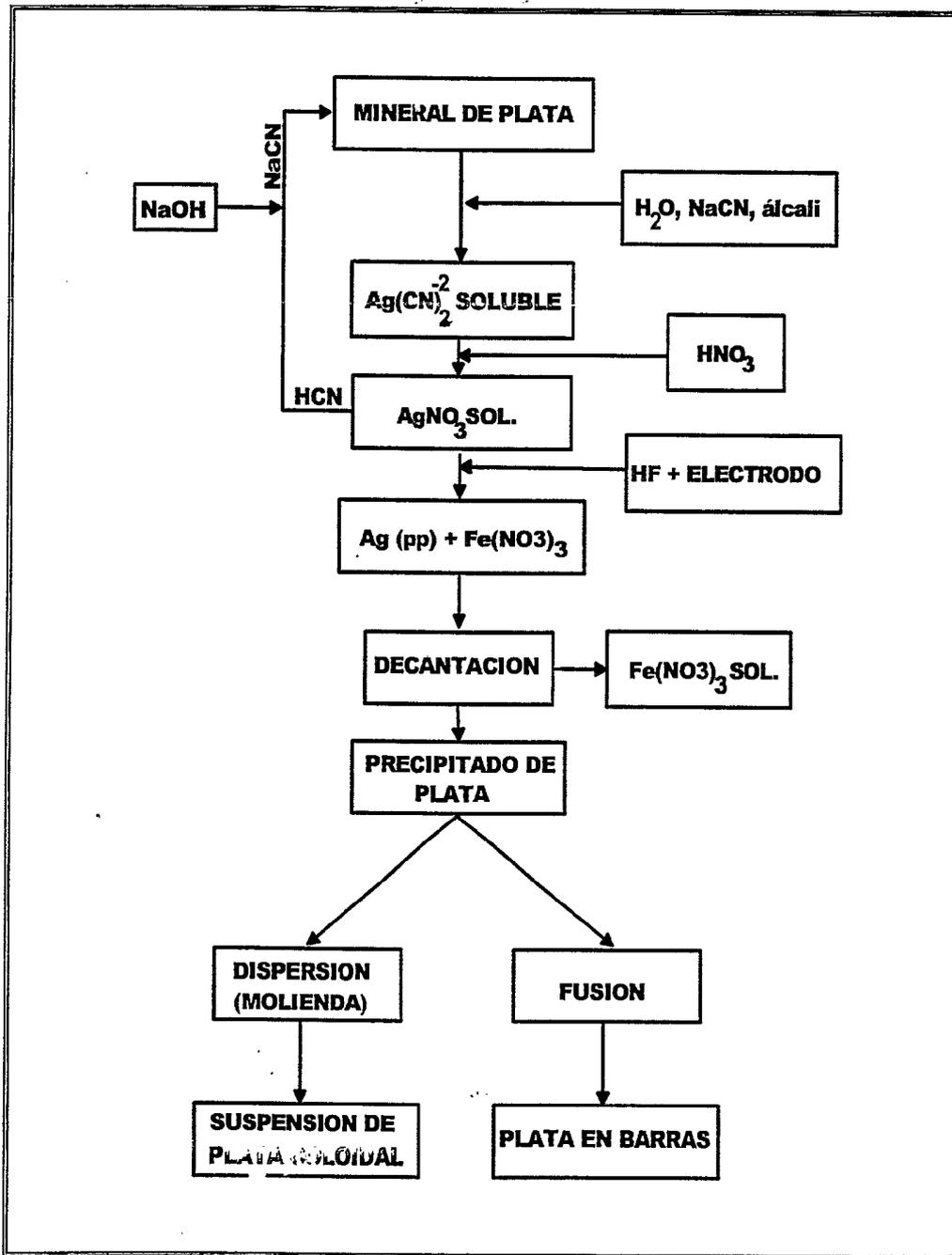


Fig. 1

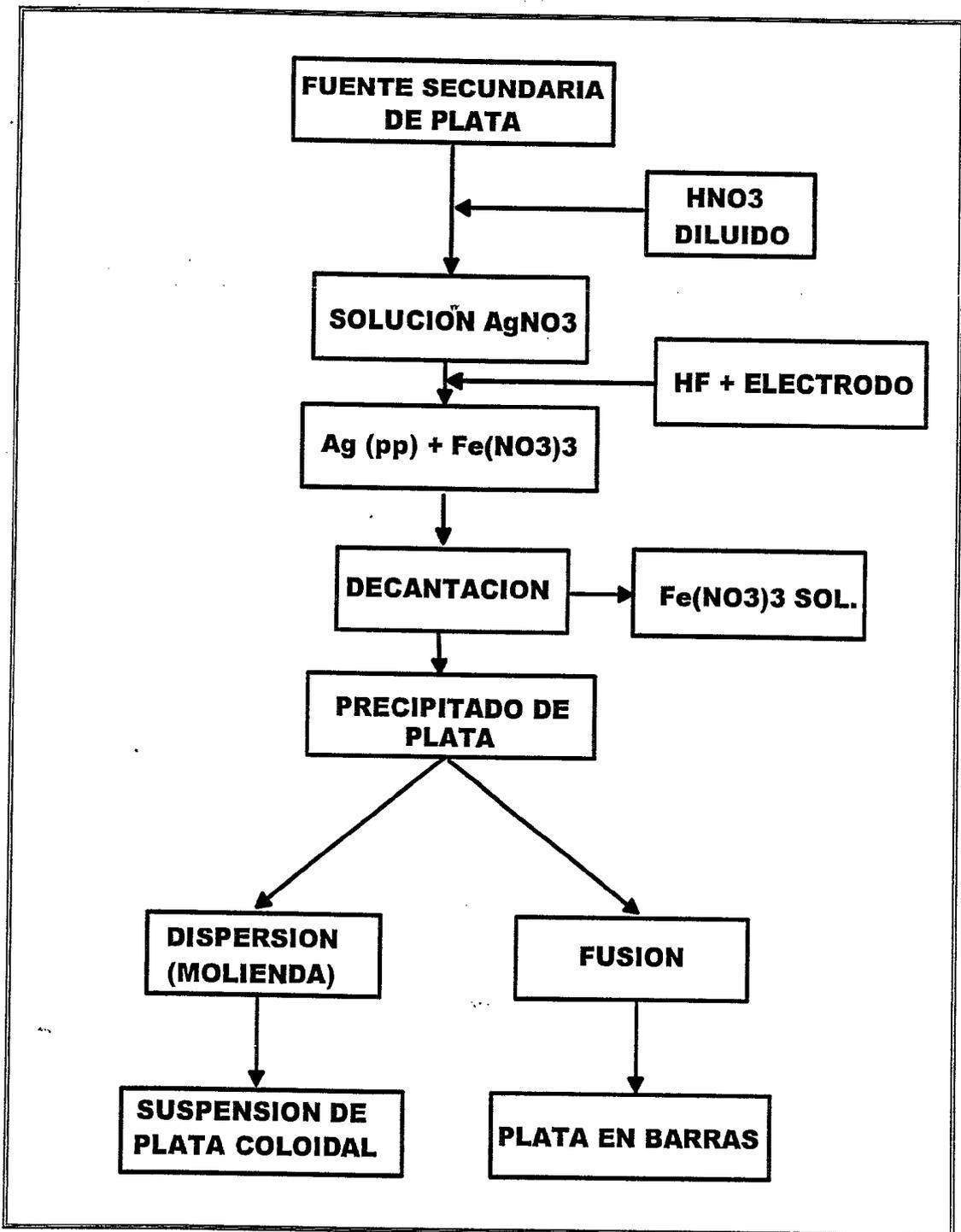


Fig. 2

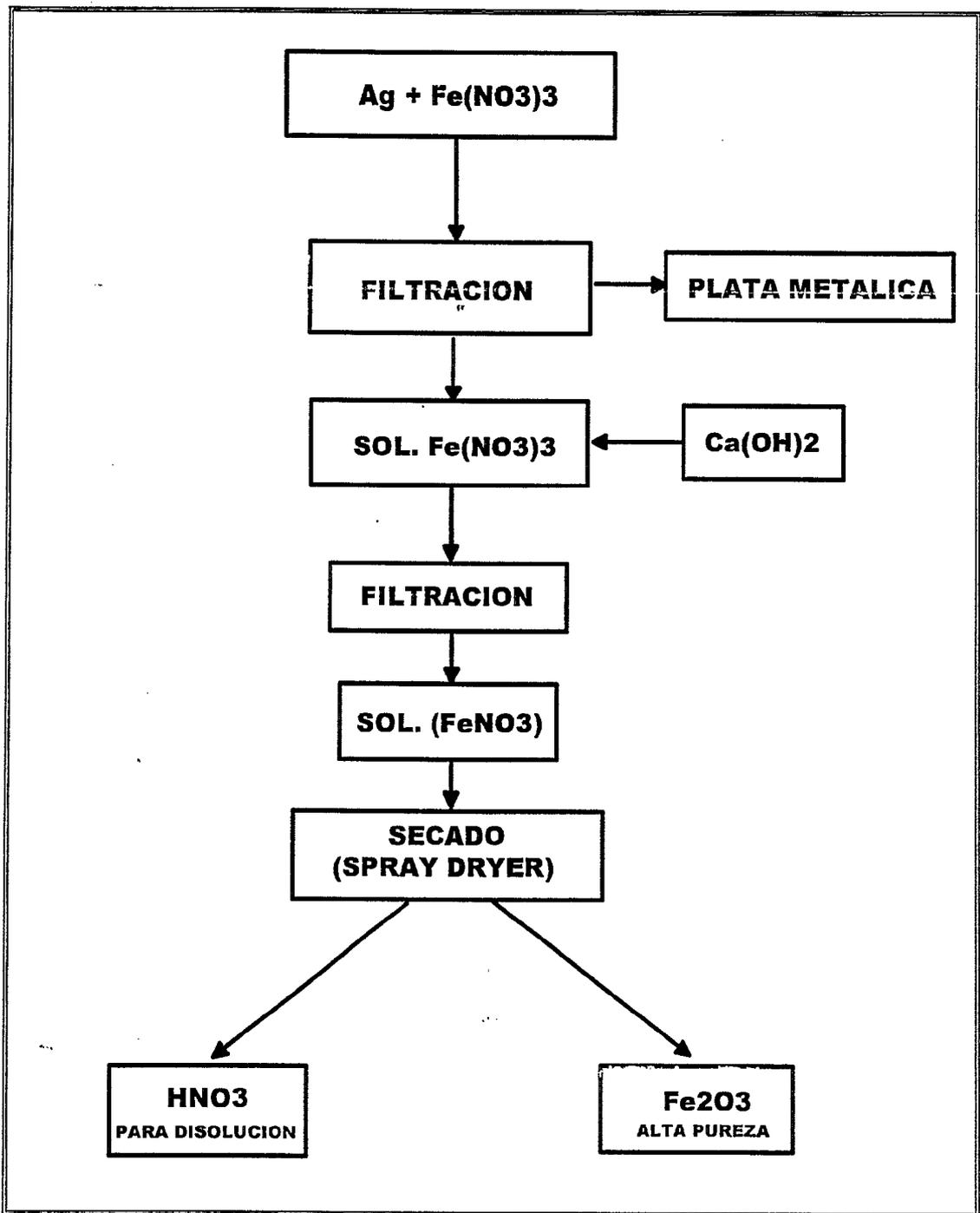


Fig. 3

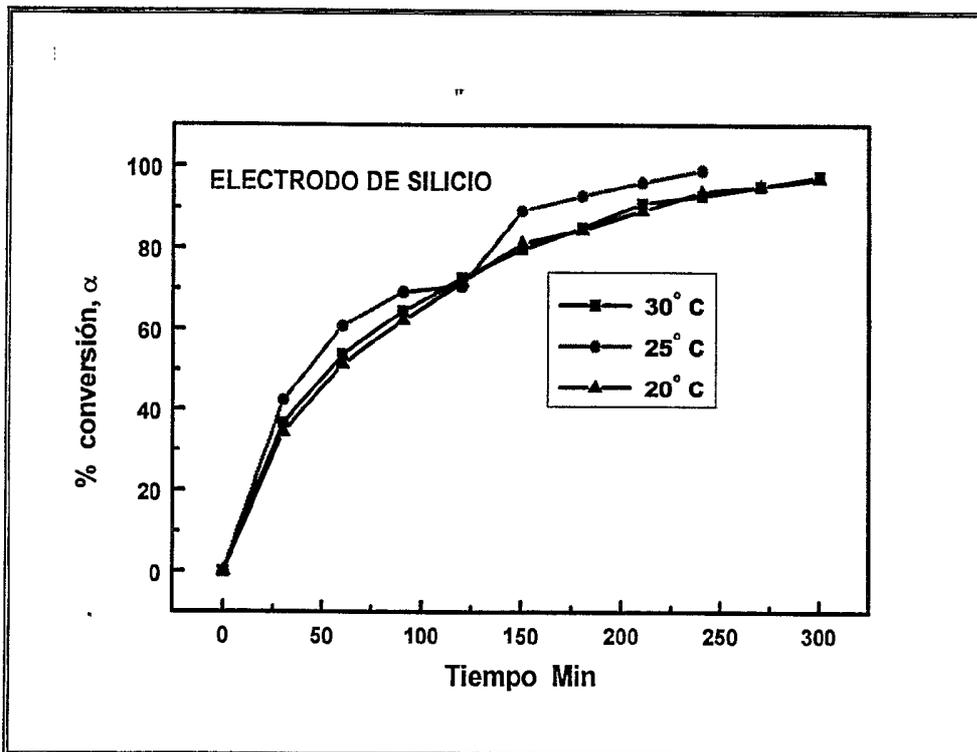


Fig. 4

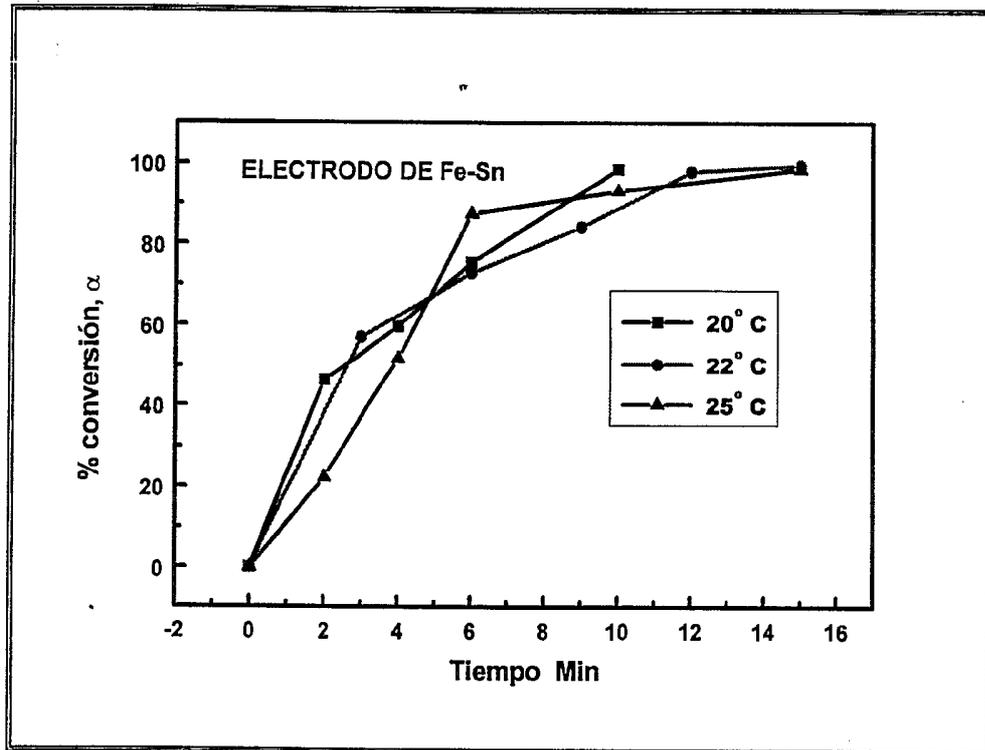


Fig. 5