

文章编号: 0254-5357(2007)06-0505-02

废光谱感光板中银的提取

王洪波

(核工业新疆理化分析测试中心, 新疆 乌鲁木齐 830011)

摘要: 废光谱感光板用自来水浸泡, 剥离的乳胶经氢氧化钠和双氧水溶解后, 在微酸性溶液中加入锌粉置换出银, 银沉淀经过滤和硼砂与碳酸钠的混合熔剂熔炼后得到成品银锭。采用建立的方案提取废光谱感光板中成品银的纯度达到95.4%, 工艺操作简便, 成本低、环境污染小。

关键词: 银; 废光谱感光板; 提取

中图分类号: O614.22; O69 文献标识码: B

Recovery of Silver from Waste Spectral Photographic Plates

WANG Hong-bo

(Nuclear Industry Xinjiang Testing Center for Physical and Chemical Analysis, Urumqi 830011, China)

Abstract: A method for recovery of silver from waste spectral photographic plates was developed. The waste spectral photographic plate was soaked with tap water and silver-containing film was separate from the plate. The film was then dissolved with NaOH-H₂O₂ and silver was replaced by adding excessive zinc powder in weakly acidic medium. The silver precipitate was filtered and melted with mixture flux of Na₂B₄O₇-Na₂CO₃. The purity of silver recovered from the procedure is 95.4%. The method provides the advantages of simple operation, lower cost and less environmental pollution.

Key words: silver; waste spectral photographic plate; recovery

银是贵金属, 具有不易氧化、导电性强、延展性好等特性, 因而被广泛用于电子制造业、发电设备零件、照相材料、实验仪器、医疗器械及首饰等行业。随着社会经济的发展, 对银的需求量越来越大, 其中感光材料中银的消费最大。如何在有限的资源上获得最大的收益, 是当今各国研究的方向之一。据统计, 开采1吨银大约需要30万元费用, 而回收1吨银仅1万元。新疆理化分析测试中心每年有大量的地化样品需要采用发射光谱法测试, 感光板用量较大, 报废的感光板数量相应增加。对于报废的感光板多被丢弃处理, 造成资源浪费。本文对报废的感光板进行试验, 回收提取了其中的银, 方法简便可行。

1 实验部分

1.1 主要材料和试剂

报废感光板 50~80块。

Zn粉, Na₂CO₃, Na₂B₄O₇ 2 mol/L NaOH 8 mol/L HNO₃、HCl(浓)根据试验要求, 配制所需浓度。 $\varphi = 30\%$ (体积分数, 下同)的H₂O₂。以上试剂均为分析纯。实验用水为蒸馏水。

1.2 装置

101A-3 型干燥箱(上海实验仪器总厂); S×2-10-12 型马弗炉(上海实验电炉厂); Φ 500 mm、 Φ 280 mm 的塑料盆各一个; Φ 60 mm 的漏斗若干; 100 mL 瓷坩埚。

1.3 提取方法

废感光板中的Ag提取方案如图1所示。

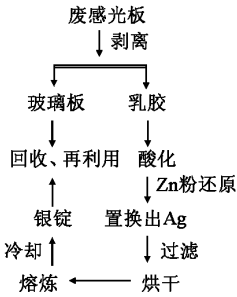


图1 废感光板中提取银的流程

Fig. 1 Recovery procedure of silver from waste spectral photographic plate

收稿日期: 2007-03-26; 修订日期: 2007-06-10

作者简介: 王洪波(1968-), 女, 山东邹城市人, 工程师, 长期从事岩石矿物分析测试工作。E-mail: ssywhb@163.com。

具体步骤如下：

- (1) 浸泡感光板。将收集的废感光板放入 ϕ 500 mm 的塑料盆中,用 10 ~ 40 $^{\circ}\text{C}$ 自来水将感光板完全浸没,浸泡 1 ~ 2 h 后,将感光板上的乳胶小心揭下,放入 ϕ 280 mm 的塑料盆中,备用。
- (2) 溶解乳胶。在放有乳胶的 ϕ 280 mm 塑料盆中,加入 2 mol/L NaOH 溶液 1000 mL,再滴加数滴 $\varphi = 30\%$ 的 H_2O_2 ,充分搅拌,直至乳胶全部溶解。
- (3) 置换 Ag 。在溶解的乳胶溶液中,加入 4 ~ 6 mol/L HCl 充分搅拌,中和至微酸性,并用 pH 试纸进行检验。然后转入 1000 mL 烧杯中,加入过量的 Zn 粉,搅拌置换出 Ag 。
- (4) 过滤沉淀。在置换的溶液中,加入 4 ~ 6 mol/L HCl,然后在电热板上加热煮沸,溶解过量的 Zn 直至不冒气泡为止,再用 ϕ 60 mm 的漏斗进行过滤,将沉淀用蒸馏水洗至中性,收集于 100 mL 瓷坩埚中。
- (5) 烘干和熔炼。将装有收集银的瓷坩埚放入 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干后,加入 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + \text{Na}_2\text{CO}_3$ (质量比为 1 : 2) 的助熔剂,总体积不要超过瓷坩埚容积的 3/4,然后放入 1000 $^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中进行冶炼,直至银呈液态,冷却后即为成品银锭。

2 结果与讨论

2.1 水温对感光板浸泡的影响

浸泡感光板时,用不同的水温进行试验,发现随着水温的升高,感光板上的乳胶鼓胀,容易脱落。从经济角度考虑,该项实验选用 10 ~ 40 $^{\circ}\text{C}$ 的水温较为合适。

2.2 溶解剂氢氧化钠的浓度

感光材料主要由乳剂及其支持物组成,卤化银是乳剂中的感光物质,起记录影像的作用^[1-2]。NaOH 和 H_2O_2 可以溶解而破坏乳剂,得到 AgCl 沉淀。实验选用 1000 mL 不同浓度的 NaOH 进行溶解速度(v)试验,结果见图 2。

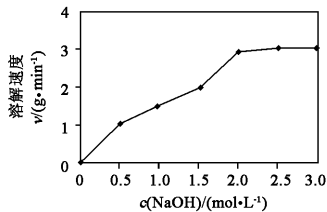


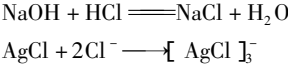
图 2 NaOH 浓度对乳胶溶解速度的影响

Fig.2 Effect of NaOH concentration on dissolution rate of emulsion

图 2 表明,随着溶解剂 NaOH 浓度的增大,乳胶的溶解速度逐渐增大。NaOH 浓度大于 2.0 mol/L 时,溶解逐渐趋于平稳。考虑到后续步骤需要酸化处理,NaOH 浓度越大,酸的用量就会增加,故实验选用 NaOH 的浓度为 2.0 mol/L。

2.3 酸的选择

乳胶溶解后,需要进行酸化处理。常用酸有 HCl、 HNO_3 、 H_2SO_4 、 H_3PO_4 等,由于 AgCl 溶于浓 HCl 和碱金属氯化物^[3],而 HNO_3 、 H_2SO_4 具有强氧化性,故实验选用 HCl。反应方程式为：



据此原理,加入的 HCl 不仅中和过量的 NaOH,而且使溶液呈微酸性。当加入的 HCl 浓度越小,相应加入的体积量越大,造成后续步骤中过滤的繁琐;反之,会加大置换过程中 Zn 粉的用量。为了便于掌控乳胶溶液的酸度,选用 4 ~ 6 mol/L HCl 比较适宜。

2.4 助熔剂的选择

Ag 熔炼之前,需要加入一定量的助熔剂。常采用的助熔剂有玻璃粉、 Na_2CO_3 、CaO、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 、 SiO_2 等。据文献[4]介绍,加入不同用量的助熔剂,可以降低熔炼温度,使熔渣的流动性比较好,Ag 和熔渣容易分离。 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 与 Na_2CO_3 以一定比例混合,是很好的助熔剂。

在熔炼时间为 0.5 h,熔炼温度为 1000 $^{\circ}\text{C}$ 的条件下,选用质量比为 1 : 1、1 : 2、1 : 3 的 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 和 Na_2CO_3 混合熔剂进行试验,发现 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 和 Na_2CO_3 质量比为 1 : 2,熔渣的流动性比较好且易分离,Ag 的熔炼效果理想。故本实验选用质量比为 1 : 2 的 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 和 Na_2CO_3 作为混合助熔剂。

3 废感光板中银的提取

为了进一步验证建立的方案提取 Ag 的可行性,对熔炼后的成品银锭进行纯度分析,步骤参见文献[5]。称取 0.1000 g 银锭于 100 mL 烧杯中,加入 30 mL $\varphi = 50\%$ 的王水,在电热板上低温加热溶解至小体积,取下冷却,加 60 mL 8 mol/L HNO_3 ,定容至 2000 mL 容量瓶中,采用原子吸收分光光度法测试。经分析测得 Ag 的纯度为 95.4%。

4 结语

从废感光板中提取银,操作简单,成本低,环境污染小。值得注意的是,在熔炼冷却完毕后,银锭上所带的少量熔渣,可以采用 4 mol/L HCl 进行清除。

5 参考文献

[1] 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析(第一分册)[M]. 3 版. 北京:地质出版社,1991:836-866.

[2] 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析(第二分册)[M]. 3 版. 北京:地质出版社,1991:421-633.

[3] 武汉大学. 分析化学[M]. 4 版. 北京:高等教育出版社,2000:178-185.

[4] 谭龙华. 元素的定量分离富集方法[M]. 成都:成都理工大学,2001:92-95.

[5] 中华人民共和国地质矿产部. DZG 93—09,金银矿石分析规程[S].