



(12) **Описание изобретения** К ПАТЕНТУ

(21) 20000644

(22) 08.12.2000

(46) Бюл.38, 2005

(71)(73) Таджикский государственный национальный университет (TJ)

(72) Рустамов С.(TJ); Негматов Х. (TJ); Орипов А. (TJ); Хусайнов А. (TJ); Гулов С. (TJ)

(56) 1. SU367746 А (УРАЛЬСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ), 07.04.1983.

2. SU709713А (ИНСТИТУТ ХИМИИ И ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ АН ЛИТОВСКОЙ ССР), 15.01.1980.

3. SU850749А (НАПУХ Э.З. и др.), 30.07.1981.

4. DE19833593 А1 (DAIMLER CHRYSLER AG), 27.01.2000

(54) СПОСОБ ВЫДЕЛЕНИЯ И ПОЛУЧЕНИЯ ЧИСТОГО МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СЕРЕБРА

(57) Способ выделения и получения чистого металлического серебра путем химического и электрохимического серебрения диэлектриков типа пластмасс, включающий погружение подложки полистирола в рецептурный раствор химического серебрения следующего состава: азотнокислое серебро AgNO_3 -3,5 г/л, раствор аммиака-25%-ный NH_4OH -12 мл/л, едкого натра NaOH -4 г/л, рН 10-13, температура выше 100°C и время контакта фаз 1,5-2,0 ч.

При указанных условиях на поверхности полистирола осаждается металлическое серебро и диэлектрик полистирол приобретает электропроводность и в дальнейшем на пару с графитовым электродом служит для проведения на нем электрохимического серебрения и получения электрохимического серебра высокой чистоты.

Изобретение относится к области получения благородных металлов, а именно к области химического и электрохимического серебрения диэлектриков и получения чистого металлического серебра.

Наиболее эффективно изобретение может быть использовано при выделении серебра из производственных отходов, в том числе из состава фотоотходов и других серебросодержащих материалов, для проведения металлизации пластмасс и получения чистого металлического серебра на поверхности диэлектриков, для получения композиционных материалов и украшений на основе металлизации (серебрение, позолочение, меднение, никелирование) диэлектриков, в том числе на основе металлизации поверхности полистирола различной формы.

Известен способ серебрения стеклотекстолита, относящийся к контактному способу металлизации, суть которого заключается в погружении подложки стеклотекстолита в щелочной раствор азотнокислого серебра и прокатке медного валика по поверхности подложки, то есть при контактировании подложки с более электроотрицательным металлом, чем осаждаемый [1].

Недостатками известного способа являются неравномерное осаждение серебра на поверхности стеклотекстолита, загрязнение серебра за счет частичного растворения меди из аммиачного раствора, слабой адгезии между металлическим серебром и стеклотекстолитом за счет осаждения серебра действием третьего компонента металлической меди известного из учебников, проведение процесса механическим движением медного валика по поверхности стеклотекстолита и излишняя работа по созданию медного валика.

Сам стеклотекстолит не относится к типичным диэлектрикам и получается обработкой стекловолокна ионообменными смолами или другими смолами, и стеклотекстолит не является восстановителем серебра (I) до металлического состояния.

Целью изобретения является выделение серебра из растворов сложного состава, химическое осаждение серебра на поверхности полистирола, придание поверхности диэлектрика электропроводности и дальнейшее электрохимическое осаждение чистого металлического серебра на поверхности полистирола и на этой основе

проведение других видов металлизации поверхности полистирола с целью получения различных форм композиционных материалов и украшений различного вида и различного типа.

Поставленная цель достигается за счет того, что сначала из растворов различного состава серебро переводят в виде исходного азотнокислого серебра AgNO_3 и действием едкого натрия NaOH при значениях pH 9,5-12,0 Ag^+ -ион осаждается в виде оксида серебра Ag_2O и к раствору с осадком Ag_2O вносят подложку из полистирола и полученную систему нагревают на открытой плитке в течение 1,5-2,0 ч., временами добавляя раствор азотнокислого серебра или дистиллированную воду, предотвращая высыхание раствора над оксидом серебра и полистироловой подложкой. При такой обработке на поверхности полистирола осаждается металлическое серебро с хорошей силой адгезии, придавая поверхности диэлектрика-полистирола электропроводность. Используя в качестве электрода полученную таким методом подложку в специально подготовленном электролите для электрохимического серебрения и наращивают на поверхности полистирола электролитически чистое металлическое серебро. В качестве второго электрода используется графитовый электрод.

Рецептурный раствор для химического серебрения полистирола имеет состав:

Азотнокислое серебро AgNO_3	3,5 г/л
Аммиак - $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (25%)	12 мл/л
Едкий натр – NaOH	4 г/л
Температура	100-120°C

Пример 1. В вышеуказанный рецептурный раствор вносят подложку из полистирола определенного размера (4x4 см) и нагревают на открытой плитке при температуре 100-120°C в течение 1,5-2,0 ч., в указанных условиях на поверхности полистирола начинает осаждаться металлическое серебро. Для наращивания металлического серебра на поверхности полистирола к кипящему раствору с полистироловой подложкой постепенно добавляют порциями рецептурный раствор и продолжают кипячение раствора до полного осаждения серебра на поверхности полистирола, далее осторожно вынимают из раствора подложку и высушивают. Полученный таким способом препарат в дальнейшем можно использовать в качестве электрода для дальнейшего электрохимического серебрения и получения электрохимически чистого серебра.

Пример 2. Рецептурный раствор для электрохимического серебрения диэлектриков, в том числе полистирола, имеет состав:

Хлористое серебро AgCl	30 г/л
Углекислый натрий Na_2CO_3	30 г/л
Железистосинеродистый калий $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	100 г/л
Роданистый калий KSCN	100 г/л
Температура	50-60°C

Для получения осадка хлористого серебра AgCl , на раствор азотнокислого серебра AgNO_3 воздействуют насыщенным раствором хлорида натрия NaCl . После осаждения AgCl отделяют от раствора и осадок декантируют 5-6 раз дистиллированной водой. Из белого осадка AgCl готовят электролит для электролиза серебра с помощью железистосинеродистого калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Для приготовления электролита Na_2CO_3 и $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ растворяют и раствор нагревают до кипения. Затем раствор вливают в стакан с AgCl и кипятят, защитив от действия дневного света в течение 1,5-2,0 ч. Затем раствор проверяют на отсутствие хлористого серебра, отфильтровывают от осадка гидроксида железа (III). К отфильтрованному раствору добавляют 100 г/л роданистого калия KSCN . При такой обработке серебро образует хорошо растворимый, устойчивый цианидный комплекс $[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$, удобный для проведения электролиза. Для этого к выпрямителю В-24 присоединяют провода и закрепляют к стакану с электролитом. В качестве катода используют графитовый электрод, а в качестве анода - образец из полистирола после химического серебрения. Потом закрепляют систему проводников и подключают ток плотностью 0,5 А/дм². После 10 минутного протекания электролиза в растворе уменьшается концентрация серебра и для того, чтобы не выделялся водород, постепенно уменьшают ток или вводят новые горячие порции электролита серебра. Таким способом можно наращивать серебро на поверхности полистироловой подложки и получить чистое электролитическое серебро с серебристым цветом, равномерно осажденное на поверхности полистирола. Далее можно снять металлическое серебро из поверхности полистирола механическим путем в виде пластинок компактного блестящего металлического серебра.

Пример 3. Для выделения серебра из производственных отходов, фотоотходов и из состава минералов, руд, сплавов и других объектов, необходимо растворить твердых серебросодержащих объектов в концентрированной азотной кислоте при нагревании. Для отделения серебра от комплекса сопутствующих металлов Fe, Co, Ni, Mn, Al, Cr, Zn, Cu, Cd, Bi, Ti, Sn, Mg, щелочных и щелочноземельных металлов к анализируемому раствору добавляют водорастворимую соль железа (III) FeCl_3 для получения $1 \cdot 10^{-2}$ моль/л и осаждают гидроксид железа (III) $\text{Fe}(\text{OH})_3$ при pH 9,5-10,0 постепенным добавлением едкого натра NaOH . Через 25-30 минут отделяют осадок от раствора центрифугированием, при этом серебро и тяжелые металлы отделяются от щелочных и щелочноземельных металлов. К осадку $\text{Fe}(\text{OH})_3$, содержащему в своем составе серебро и другие металлы, добавляют 50 мл 0,25-0,30 моль/л тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, перемешивают раствор с осадком и нагревают в течение 10-15 минут в водяной бане. Раствор, содержащий серебро в виде тиосульфатного комплекса $[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{3-}$, отделяют от осадка $\text{Fe}(\text{OH})_3$ и других металлов. Для перевода серебра в виде исходного азотнокислого состояния AgNO_3 , к тиосульфатному комплексу добавляют 5-10 мл насыщенного раствора сульфида натрия Na_2S и осаждают серебро в виде сульфида Ag_2S . Осадок отделяют от раствора и раство-

ряют его в 25-30 мл азотной кислоты (1:1) при нагревании. Полученный раствор азотнокислого серебра AgNO_3 отделяют от образовавшейся серы и используют для создания рецептурных электролитов для химического и электрохимического серебрения диэлектриков, в том числе для серебрения полистирола, как указано в примерах 1 и 2.

Для выделения серебра из состава фото- и кинопленок и из состава пластинок для спектрального анализа, в которых серебро в основном находится в виде осадка, бромида серебра AgBr , эти материалы замачивают в растворе 0,25-0,30 моль тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и выдерживают до полного их обесцвечивания, при этом серебро в виде $[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{3-}$ переходит в раствор. Этот раствор отделяют методом декантации и к нему добавляют насыщенный раствор сульфида натрия до полного осаждения сульфида серебра, осадок отделяют от раствора и его растворяют в азотной кислоте (1:1) при слабом нагревании. Полученное в исходном состоянии азотнокислое серебро AgNO_3 используют для изготовления рецептурных электролитов для химического и электрохимического осаждения и получения чистого металлического серебра на диэлектриках, как указано выше.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ выделения и получения чистого металлического серебра путем химического и электрохимического серебрения диэлектриков типа пластмасс, включающий погружение подложки электрического серебрения, **отличающийся тем, что** подложку в течение 1,5-2,0 ч погружают в рецептурный раствор для химического серебрения, состоящий из смеси AgNO_3 – 3,5 г/л, 25%-ный раствор NH_4OH – 12 мл/л, NaOH – 4 г/л, при температуре 100-120°C и pH 10-12 и затем используют подложку в качестве анода в паре с графитовым катодом в ячейке с рецептурным раствором: AgCl – 30 г/л, Na_2CO_3 – 30 г/л, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ – 100 г/л, KSCN – 100 г/л, при температуре 50-60°C в течении 10-15 мин. при плотности тока 0,5 А/дм³.