
ZNANJA IZ RAFINACIJE

BAKAR ILI SREBRO ZA INKVARTACIJU

Kod rafinacije zlata postoji dva procesa koji se mogu primeniti. Jedan je da se lom zlata istopi, izlije i valja do veoma finih listića (debljine 0,1 - 0,2 mm) pa potom rastvara u carskoj vodi. Nedostatak ove metode je u dugotrajnom i sporom procesu valjanja i u neophodnom žarenju u više prolaznog valjanja.

Drugi proces je mnogo češći. To je poznati proces rafinacije uz neophodnu inkvartaciju, odnosno smanjenje sadržaja (ili finoće) legure zlata. Da bi se lom zlata finoće 585 ili 750 mogao da rastvori u azotnoj kiselini potrebno je da se finoća smanji na 200-250. Kada je legura zlata finoće 250 azotna kiselina rastvara sve legirne metale (srebro, bakar, cink) a zlato ostaje kao nerastvoreni talog na dnu posude.

Snžavanje finoće zlatne legure moguće je dodavanjem srebra ili bakra u istopljenu masu loma zlata.

Neki proizvođači opreme preporučuju da se obaranje finoće obavlja dodavanjem srebra. Naravno, podrazumeva se da se srebro posle rafinacije zlata izdvaja radi ponovnog korišćenja.

Šta je bolje? Koristiti srebro ili bakar?

Kada se koristi srebro, legiranje loma zlata srebrom postiže se na nižoj temperaturi, što je prednost u odnosu na legiranje bakrom, pošto je tada neophodna više temperatura topljenja. Kada se obaranje finoće obavlja srebrom, obavezno je izdvajanje srebra posle dobijanja zlata.

Kod izdvajanja srebra iz rastvora dobijenog rastvaranjem azotnom kiselinom legure zlata finoće oko 200, javlja se izvestan gubitak srebra.

Kod dobro urađenog postupka gubitak srebra je 2-3%. Kod visokih cena srebra, kakve su danas, taj gubitak iznosi po kilogramu upotrebljenog srebra oko 20 evra. Pored toga, proces izdvajanja srebra iz rastvora košta.

Kada se bakar koristi za obaranje finoće zlata u cilju rafinacije a bakar se posle procesa baca, trošak za kilogram bakra je najčešće 6-8 evra. Naravno, tu treba dodati i trošak za postizanje veće temperature topljenja. Kada se uporede ova dva podatka, uočava se da se proces rafinacije zlata korišćenjem bakra, jeftiniji za oko 10 evra po kilogramu upotrebljenog metala za obaranje finoće.

U slučaju kada se bakar izdvaja iz otpadnog rastvora i ponovo koristi, proces sa korišćenjem bakra je još

povoljniji u odnosu na korišćenje srebra.

ZNANJA IZ RAFINACIJE

DOBIJANJE SREBRA IZ FIKSIRA

Danas se u fotografiji veoma malo koristi klasični filmovi uz upotrebu fiksira, ali se još uvek u zdravstvu i štamparijama koriste filmovi i fiksiri. U procesu tretiranja rendgen filmova dolazi do prikupljanja bromida srebra u fiksiru. Posle nekog vremena upotrebe, fiksir mora da se regeneriše (osvežava) ili odbacuje. Najčešće u litru fiksira koji se ne može više koristiti ima 5-7 grama srebra. Srebro se iz fiksira može izdvojiti elektrolizom. Tako se dobija srebro i delimično očišćen fiksir koji se uz filtriranje i mešanje sa delom svežeg fiksira može ponovo koristiti. Početak dobijanja srebra iz fiksira sastoji se u zakišeljavanju ovog rastvora. Zakišeljavanje se obavlja sirćetom ili malom količinom sumporne kiseline.

Elektrolizer za dobijanje srebra iz fiksira sastoji se od plastičnog suda sa

mešačem i ispravljачem za dobijanje jednosmerne struje niskog napona.

U sud se postavljaju katoda od plemenitog čelika i anoda od grafita ili olova.

Pripremljen rastvor se uliva u sud i uključuje ispravljач koji je vezan za anodu i katodu. Polako iz rastvora srebro prelazi na katodu gde se taloži. Deo srebra može da pada i u obliku taloga na dno suda.

Kada prestane izdvajanje srebra na katodi, može se ono kao kora skinuti sa osnove od čelika i sa muljem sa dna topiti i dobiti čist metal.

Rastvor fiksira iz koga je izdvojeno srebro može se ponovo koristiti za fiksiranje filmova, ako se rastvor najpre filtrira da bi se izdvojili talozi i potom se kiselost rastvora reguliše.

Uređaje za izdvajanje srebra iz fiksira izrađuje **Gold Lux** iz Bora.

DOBIJANJE SREBRA IZ SREBRO- HLORIDA TOPLJENJEM

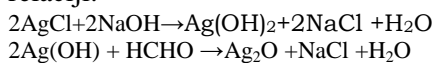
U procesu rafinacije zlata, kao sporedni proizvod dobija se i srebro u obliku srebrohlorida. Takođe i kod rafinacije srebra dobija se srebrohlorid.

Za izdvajanje srebra iz srebrohlorida postoji nekoliko metoda. Moguća je cementacija korišćenjem cinka u prahu ili korišćenjem hidrazina.

Jedna od metoda dobijanja srebra iz srebrohlorida je topljenje. Međutim, topljenje srebrohlorida bez prethodne pripreme i primene topitelja ne daje dobre rezultate.

Dobar način topljenja sastoji se u tome da se najpre srebrohlorid prevede u srebro oksid a potom uz primenu topitelja, topi do čistog metalnog srebra.

Prevođenje srebrohlorida u srebro oksid obavlja se mešanjem hlorida srebra sa natrijum hidroksidom po relaciji:



Završetkom ove reakcije dobija se talog srebro oksida i voda sa nešto soli.

Za topljenje 1,0 kg srebro-oksida koji sadrži oko 93% srebra potrebno je sledeće:

- Grafitni lonac za oko 2 kg materijala
- Natrijum karbonat Na_2CO_3 0,4 kg
- Boraks $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 80 g
- Silikatni pesak SiO_2 30-50 g
- Pšenično brašno 20 g

Postupak topljenja obavlja se na temperaturi od oko 1100°C.

Osušeni srebro oksid se izmeša sa mešavinom topitelja i potom prebaci u zagrejani lonac, dovoljno veliki da može da primi celu masu.

Topljenje na temperaturi od oko 1100°C obavlja se sve dok ne prestane ključanje mase, odnosno reakcija u loncu. Kada prestane ključanje mase u loncu, održava se na oko 1000°C grejanje još oko pola sata.

U tom vremenu metalno srebro pada na dno lonca a šljaka ostaje na površini. Šljaka se odvaja a srebro lije u odlivke ili granuliše.

DOBIJANJE BAKRA IZ OTPADNOG RASTVORA KOD RAFINACIJE ZLATA

Kod rafinacije zlata iz loma i sličnih materijala u procesu inkvartacije, odnosno snižavanjem karataže, dodaje se bakar. Istopljena legura zlata dobijena inkvartacijom treba da ima finoću 200-250/000. Posle odvajanja zlata i srebra iz tog rastvora ostaje rastvor u kome se nalazi bakar u obliku bakar-hlorida.

Kilogram bakra danas košta 5-8 evra, pa je uputno da se pokuša njegovo izdvajanje iz otpadnog rastvora.

Pre ili kasnije će se iz ekoloških razloga sigurno potpuno zabraniti bacanje u kanalizaciju rastvora sa metalima i drugim štetnim hemikalijama. Znači i iz tog razloga će se morati izdvajati bakar pre neutralizacije i odbacivanja rastvora.

Izdvajanje bakra iz takvih rastvora moguće je tako što se najpre bakar-hlorid prevede u bakar-sulfid a potom je moguća elektroliza bakra ili cementacija pomoću otpadnog gvožđa.

Prevođenje bakar-hlorida u bakar-sulfat obavlja se tako što se u otpadni rastvor ulije polako sumporna kiselina (H_2SO_4) uz mešanje. Dodavanjem sumporne kiseline dolazi do formiranja plavog taloga bakar-sulfata (plavi kamen). Kada se doda dovoljno sumporne kiseline, ostavi se preko noći da $CuSO_4$ iskristališe. Potom se višak rastvora neutrališe i

odbacuje a kristalisani plavi kamen rastvara u blagom rastvoru sumporne kiseline tako da pH bude oko 2,5.

Ako se u takav rastvor ubaci pocinkovani komadi čeličnog lima (odmašćeni i oksidisani) ili slično otpadno gvožđe, bakar će se taložiti po gvožđu.

Povremeno treba komade čeličnog lima promešati da bi bakar padao u vidu taloga a hvatao se novi bakar i tako do potpunog iskorišćenja bakra. Bakar se skuplja na dno suda u vidu braon-crvenkastog taloga. Višak gvožđa se odvaja a bakar suši bez zagrevanja i potom topi. Takav bakar uvek sadrži nešto gvožđa, ali se može koristiti za ponovno topljenje za zlatom u cilju obaranja karataže.

Drugi način dobijanja bakra iz otpadnog rastvora je elektroliza. Na isti način koji je opisan, najpre se dobije rastvor bakar-sulfata, potom se takav uliva u uređaj za elektrolizu bakra.

Elektrolizer bakra je plastična posuda koja ima katodu od tankog bakarnog lima i anode koja može biti od grafita, plemenitog čelika, titana ili olova. Katoda se vezuje za negativni pol jednosmerne struje a anoda za pozitivni pol. Potrebno je lagano mešanje rastvora u toku procesa a dobro dođe i zagrevanje rastvora.

Čist bakar se nanosi na bakarnu katodu a rastvor polako gubi plavu boju. Proces može da traje dan-dva, zavisno od uslova.

Uređaje za elektrolizu bakra iz otpadnih rastvora izrađuje **Gold Lux Bor**.

ZNANJA IZ RAFINACIJE

IZDVAJANJE ZLATA I SREBRA IZ PREVLAKA

Pozlaćeni ili posrebreni predmeti sadrže malo ovih plemenitih metala, pa je necelishodno da se dobijanje zlata ili srebra vrši rastvaranjem celokupne mase metala.

Prevlake plemenitih metala su tanke, najčešće svega nekoliko mikrona, pa u težini predmeta, na primer, pozlaćenog pehara učestvuju obično ispod jednog procenta.

Kada su u pitanju veći predmeti, na primer pribor za jelo, pehari ili ukrasni predmeti, oni se pojedinačno tretiraju radi izdvajanja zlata ili srebra. Kada se radi o više sitnih predmeta, proces je manje uspešan a tretman se obavlja skupno u nekoj plastičnoj mreži.

Odvajanja pozlate i srebra od prevlake vrši se elektrolitičkim putem. Proces izdvajanja podrazumeva skidanje prevlake bez rastvaranja zlata, odnosno srebra. Znači, plemeniti metali se elektrolitički skidaju kao skrama koja se svlači i pada na dno suda u kome se to obavlja.

Proces skidanja pozlate vrši se u plastičnom sudu veličine koja treba

da odgovara predmetima koji će se tretirati. Sud se puni rastvorom sledećeg sastava:

- Sumporna kiselina 1,0 litar
- Destilisana voda 40 cm³
- Glicerin 3 cm³

Katoda (-) je od tankog olovnog lima a predmeti sa pozlatom su anoda (+). Naravno, predmeti sa kojih se skida pozlata moraju, svaki od njih da imaju dobru vezu sa pozitivnim polom jednosmerne struje, napona oko 6 V.

Prevlake od pozlate se ne rastvaraju već se skidaju i padaju na dno suda u obliku finih ljuski. Malo metala koji je bio pozlaćen prelazi u rastvor, a pošto je proces veoma brz potrebno je samo nekoliko sekundi da se pozlata skine.

Ljuspe pozlate se skupljaju sa dna suda i potom se rafinišu da bi se dobilo čisto zlato, pošto pozlata skoro nikada nije od čistog zlata.

Skupljanje srebrne prevlake sa posrebrenih predmeta je nešto sporije. Sud za elektrolitički proces je isti ali se elektrolit razlikuje. Elektrolit je:

- Sumporna kiselina 90% bez razblaženja,
- Azotne kiselina 10%, po zapremini.

Elektrolit treba da bude bez vode, samo kiselina. Ako ima vode u elektrolitu, rastvoriće se i metal preko koga je nanese prevlaka od srebra. Anoda je posrebrjeni predmet a katoda lim od olova ili plemenitog čelika.

Elektrolit treba da bude zagrejan na oko 70°C. Srebro koje se skida prelazi u rastvor i ne prelazi na katodu. Posle skidanja prevlake od srebra i dobijanja srebra u rastvoru, srebro se dodavanjem hlorovodonične kiseline ili kuhinjske soli prevodi u srebro hlorid. Talog srebra i hlorida se odvaja iz rastvora i potom tretira radi dobijanja čistog srebra.

ZNANJA IZ RAFINACIJE

ISKUSTVA SA DOBIJANJEM ZLATA IZ PRAŠINE POSLE POLIRANJA ZLATNOG NAKITA

Mehaničko poliranje je uobičajena praksa u zlatarskoj proizvodnji. Ostaci koji se stvaraju na taj način sadrže zrnca peska od brusne ploče i paste za poliranje, komadiće papira, razne prljavštine sa radioničkog stola i druge zagađivače. Posle sagorevanja sagorljivog dela u ovom materijalu ostane 2-3% zlata i znatne količine železnih oksida koji se koriste kao abrazivni materijal. Zbog velikog odnosa u sadržajima između gvozdene prašine i legure zlata i čvrste smeše između ovih komponenata, magnetna separacija nije moguća, jer magnet deluje na celu smešu kao takvu i nema odvajanja. Kod malih količina mogu se koristiti hemijske metode za izvlačenje zlata iz takvih smeša koje

se zasnivaju na selektivnom rastvaranju ne-zlatnih komponenata tih smeša ili na totalnom rastvaranju i primeni selektivnog izdvajanja zlata. Uobičajeni hemijski postupci uključuju rastvaranje prašine pomoću razređene azotne kiseline čime se rastvaraju železne čestice. Posle toga sledi rastvaranje preostalog materijala carskom vodom i izdvajanje zlata redukujućim sredstvima na primer natrijum bisulfatom. Jednostavniji način može biti direktno rastvaranje carskom vodom uz selektivno izdvajanje zlata.

Namena opisanih iskustava bila je da se izvrši upoređenje procenata i čistoće zlata dobijenih primenom ova dva postupka. Eksperimenti su vršeni sa materijalom koji je preuzet od

proizvođača zlatnog nakita koji je proizveden sagorevanjem i mlevenjem nisko procentnog radioničkog otpada. Materijal je imao visok sadržaj železa i nije se mogao razdvojiti magnetnom separacijom. Ispitana su dva postupka za dobijanje zlata iz tog otpada:

1. Rastvaranje smešom azotne kiseline i vode u odnosu 1:1 uz naknadno rastvaranje nerastvornog ostatka carskom vodom i izdvajanjem tako dobijenog zlata.
2. Direktno rastvaranje carskom vodom uz naknadno izdvajanje zlata iz tako dobijenog rastvora.

U svakom od ovih postupaka, faze rastvaranja su ponavljane više puta da bi se utvrdili uticaji tih ponavljanja na količine dobijenog zlata.

Početni eksperimenti su pokazali da kada su u rastvoru prisutne visoke koncentracije železa, ono može da se izdvaja sa zlatom pomoću natrijum-bisulfita. Prisustvo železa se ispoljava samo po sebi zatamnjenjem boje precipitata, koja se naravno vraća na normalnu rastvaranjem pomoću razblažene azotne kiseline u odnosu 1:1. Izdvajanje železa sa zlatom ukazuje na njegov visok udeo, moguće zbog njegove visoke koncentracije koja je prisutna u rastvoru. Izdvojeno železo može se odstraniti ispiranjem taloga vrelom azotnom kiselinom u odnosu 1:1.

Međutim, železo se ne može rastvoriti pomoću azotne kiseline ako je precipitat pre tretmana prethodno sušen u peći na visokim temperaturama ($>900^{\circ}\text{C}$). Tokom takvog tretmana, očigledno dolazi do pasivizacije železa što ga čini gotovo nerastvornim.

Ponovljena rastvaranja pomoću azotne kiseline/vode 1:1 dovodi do rastvaranja visokog procenta zlata u zlatarskom otpadu posle prvog rastvaranja pomoću carske vode.

Direktno rastvaranje carskom vodom dovodi do obaranja železa verovatno i drugih metala sa zlatom tokom obaranja pomoću natrijum-bisulfita. Pored toga posle prvog rastvaranja pomoću carske vode izdvojeno je manje zlata (88%) od ukupnog sadržaja originalnog zlata iz uzorka. Međutim, moguće prečišćavanje dobijenog zlata rastvaranjem pomoću azotne kiseline 1:1; analize pomoću atomske absorpcije na spektroskopu prikazale su sadržaje od samo 0,3% Ag i 0,01% Fe u tako tretiranim uzorcima.

Ponovljena rastvaranja pomoću carske vode posle ponovljenih rastvaranja pomoću azotne kiseline (metod 1) daju dodatno dobijanje niskih procenata zlata. U slučaju ovde navedenog zlatarskog otpada dobijanja u tri sukcesivna uparavanja bila su 94,5%, 4,8% i 0,7% od ukupnog sadržaja zlata.