

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР

СВИНЕЦ

ГОСТ

Методы определения серебра

20580.1—80\*

Lead.  
Methods for the determination of silver

{СТ СЭВ 906—78}

ОКСТУ 1725

Взамен  
ГОСТ 20580.1—75

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1980 г. № 1976 срок действия установлен

с 01.12.80

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.83 № 6396  
срок действия продлен

до 01.12.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-титриметрический метод определения серебра от 0,0005 до 0,015% и экстракционно-фотометрический метод определения серебра от 0,0001 до 0,0005% в свинце (99,992—99,5%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 906—78.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20580.0—80.

1.2. Правильность получаемых результатов анализа контролируется одновременным определением массовой доли серебра в соответствующем СО свинца № 1591—79—1594—79.

## 2. ЭКСТРАКЦИОННО-ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на экстрагировании ионов серебра раствором дитизона в четыреххлористом углероде из слабнокислой среды. Экстракционное титрование проводят до перехода окраски из золотисто-желтой (дитизонат серебра) в красно-фиолетовую (дитизонат меди). При определении серебра этим методом используют би-дистиллированную воду.

### 2.1. Реактивы и растворы

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

\* Переиздание декабрь 1984 г. с Изменением № 1,  
утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 4—84).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 3, и растворы с  $(\text{HNO}_3) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> и с  $(\text{HNO}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 99.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1 : 99.

Кислота винная кристаллическая по ГОСТ 5817—77.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79 и 1%-ный раствор.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный раствор в смеси спирта и воды 1 : 1.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—72.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74. При отсутствии химически чистого реактива используемый четыреххлористый углерод перед употреблением подвергают очистке: 1%-ный раствор солянокислого гидроксиламина нейтрализуют раствором аммиака по метиловому красному. Затем на каждые 100 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксиламина. Полученный раствор переносят в делительную воронку, хорошо перемешивают и после расслоения фаз нижнюю органическую фазу сливают. Обработку повторяют два раза. Очищенный таким образом четыреххлористый углерод перегоняют из колбы с эффективным дефлегматором на водяной бане, собирая фракцию с температурой кипения 76,7—77,2°C.

Дитизон по ГОСТ 10165—79; для приготовления очищенного реактива берут 0,52 г дитизона, растертого в порошок, и растворяют в 100 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода. Нерастворимый остаток фильтруют. Фильтрат переносят в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup> и экстрагируют несколько раз 100 см<sup>3</sup> раствора аммиака (1 : 99), пока последняя порция аммиачного экстракта не станет бесцветной. К аммиачному фильтрату прибавляют раствор серной кислоты (1 : 1) до полного осаждения дитизона (до обесцвечивания раствора). Темный осадок дитизона фильтруют через бумажный фильтр, промывают 5—6 раз дистиллированной водой и сушат при 50°C в течение 3—5 ч. Очищенный дитизон сохраняют в темной, сухой, плотно закрывающейся посуде.

Раствор дитизона 1:

0,05 г растертого в тонкий порошок очищенного дитизона растворяют в 100 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода. Раствор фильтруют в склянку из темного стекла через сухой бумажный фильтр и сухую воронку. Раствор сохраняется длительное время, если его держать под слоем раствора серной кислоты (1 : 99).

Раствор дитизона 2:

разбавляют раствор дитизона 1 (1 см<sup>3</sup> этого раствора содержит 0,5 мг дитизона) четыреххлористым углеродом. Титр раствора определяют по стандартному раствору серебра. 1 см<sup>3</sup> раствора дитизона 2 должен содержать от 3 до 3,5 мкг серебра. Раствор готовят перед употреблением.

Для определения титра раствора дитизона в делительную воронку вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 2 см<sup>3</sup> раствора серебра Б, прибавляют 2,5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup> воды и перемешивают. К раствору из микробюретки прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора дитизона 2 и экстрагируют в течение 2 мин. После расслоения органический растворитель, окрашенный дитизонатом серебра в золотисто-желтый цвет, сливают в пробирку. К раствору в делительной воронке прибавляют еще 2 см<sup>3</sup> раствора дитизона 2 и повторяют экстракцию серебра раствором дитизона продолжая порциями по 1 см<sup>3</sup> до тех пор, пока последняя порция не будет сохранять свой зеленый цвет.

После первого ориентировочного титрования проводят второе, более точное титрование. Для этого при приближении к эквивалентной точке экстракцию ионов серебра проводят порциями по 0,2 см<sup>3</sup> раствора дитизона 2 до тех пор, пока последняя порция не будет сохранять свой зеленый цвет. Иногда предпоследняя порция дитизона имеет смешанную окраску, обусловленную наличием дитизоната серебра и избытком раствора дитизона.

Для вычисления титра раствора дитизона учитывают общий объем раствора дитизона, израсходованного на образование дитизоната серебра. Если предпоследняя порция окрашена в смешанный цвет, то отсчитывают половину или четверть (в зависимости от преобладающего оттенка цвета) от объема предпоследней порции (0,1 или 0,05 см<sup>3</sup>).

Титр раствора дитизона ( $T$ ) в г/см<sup>3</sup> серебра вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где  $m$  — масса серебра, взятого для определения титра, г;

$V$  — объем раствора дитизона, израсходованного на титрование серебра, см<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислородное по ГОСТ 1277—75.

Стандартные растворы серебра.

Раствор А: 0,158 г азотнокислого серебра растворяют в 20 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора азотной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки этой же кислотой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг серебра.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора А, разбавляют до метки раствором азотной кислоты концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг серебра.

2.2. Проведение анализа

Навеску свинца массой 10,000 г (при массовой доле серебра от 0,0005 до 0,002%) или 2,000 г (при массовой доле серебра от 0,002 до 0,015%) растворяют в стакане соответственно в 50 или 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 3). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. После охлаждения раствор разбавляют до метки водой и перемешивают. Для определения серебра отбирают 25 см<sup>3</sup> раствора и выпаривают почти досуха. К остатку прибавляют 3 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>, осторожно нагревают, прибавляют 20 см<sup>3</sup> воды, 0,1 г винной кислоты и нагревают до полного растворения солей. При массовой доле сурьмы и олова свыше 0,01% винную кислоту в количестве 0,5 г прибавляют в начале разложения. После охлаждения раствор переносят в делительную воронку вместимостью 50 см<sup>3</sup>, стакан промывают 2—3 раза 10 см<sup>3</sup> воды и промывную воду прибавляют к основному раствору.

К раствору в делительной воронке из микробюретки приливают 2 см<sup>3</sup> раствора дитизона 2 и встряхивают в течение 2 мин. Дают жидкостям расслоиться и органический слой, содержащий дитизонат серебра золотисто-желтого цвета, сливают в пробирку. К водному раствору в делительной воронке прибавляют еще 2 см<sup>3</sup> раствора дитизона 2 и повторяют извлечение, собирая органический слой в другую пробирку. Далее экстракцию проводят порциями по 1 см<sup>3</sup> раствора дитизона 2 до появления красно-фиолетового окрашивания органического слоя (признак начала извлечения меди).

После такого приблизительного определения расхода дитизона проводят более тщательное титрование серебра в другой пробе, причем по мере приближения к эквивалентной точке для экстрагирования последних количеств серебра раствор дитизона прибавляют порциями по 0,2 см<sup>3</sup>.

Для вычисления результатов анализа учитывают общий объем раствора дитизона, израсходованного на образование дитизоната серебра. Если после экстракции раствор окрасится не в чистый красно-фиолетовый цвет, а в смешанный, тогда в зависимости от преобладающего оттенка окраски отсчитывают половину или четверть предпоследней порции раствора дитизона, израсходованного на образование смешанной окраски органического слоя.

При проведении анализа на серебро все используемые реактивы и растворы должны проверяться на отсутствие в них хлоридов.

2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю серебра ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2},$$

где  $V$  — объем раствора дитизона, израсходованного на экстракцию серебра, см<sup>3</sup>;