



2829.2—94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

**ЛОМ И ОТХОДЫ
ДРАГОЦЕННЫХ
МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ**

Методы определения серебра

Издание официальное



**ГОССТАНДАРТ УКРАИНЫ
Киев**

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Госстандарта Украины № 260 от 31 октября 1994 г.

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 РАЗРАБОТЧИКИ: А. М. Апанасенко, канд. техн. наук; Т. С. Коваль; Л. В. Кукса; В. Г. Левицкий, канд. техн. наук; Л. А. Малыгина; Л. И. Нетименко; Л. Г. Скрябина, канд. техн. наук (руководитель разработки)

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Украины

СОДЕРЖАНИЕ

	с.
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Общие требования	3
4 Титриметрический метод (при массовой доле серебра от 10 % до 15 %)	3
4.1 Сущность метода	3
4.2 Реактивы и растворы	3
4.3 Проведение анализа	4
4.4 Обработка результатов	5
5 Титриметрический метод (при массовой концентрации серебра в растворе от 0,10 г/дм ³ до 5 г/дм ³ и от 30 г/дм ³ до 50 г/дм ³)	5
5.1 Сущность метода	5
5.2 Реактивы и растворы	5
5.3 Проведение анализа	6
5.4 Обработка результатов	7

ДСТУ 2829.2—94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

ЛОМ И ОТХОДЫ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Методы определения серебра

БРУХТ ТА ВІДХОДИ ДОРОГОЦІННИХ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ

Методи визначення срібла

SCRAP AND WASTE OF PRECIOUS METALS AND ALLOYS

Methods for determination of silver

Дата виходу 1996—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лом и отходы драгоценных металлов и сплавов и устанавливает методы анализа лома изделий из серебра, методы определения серебра в пробах лома изделий из его сплавов, золота, платины, иридия, палладия и их сплавов, а также титриметрические методы определения серебра в пробах анодного шлама (при массовой доле от 10 % до 15 %), фиксажных растворах, промывных водах после серебрения (при массовой концентрации от 0,10 г/дм³ до 5 г/дм³) и электролите серебрения (при массовой концентрации от 30 г/дм³ до 50 г/дм³).

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ДСТУ 2829.0—94 Лом и отходы драгоценных металлов и сплавов. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 6836—80 Серебро и серебряные сплавы. Марки
- ГОСТ 12223.0—76 Иридий. Метод спектрального анализа
- ГОСТ 12225—80 Палладий. Методы анализа
- ГОСТ 12226—80 Платина. Методы анализа
- ГОСТ 12555.1—83 Сплавы серебряно-платиновые. Метод определения серебра
- ГОСТ 12556.2—82 Сплавы платино-родиевые. Методы спектрального анализа
- ГОСТ 12558.1—78 Сплавы палладиево-серебряные. Метод определения серебра
- ГОСТ 12560.1—78 Сплавы палладиево-серебряно-кобальтовые. Метод определений кобальта и серебра
- ГОСТ 12561.1—78 Сплавы палладиево-серебряно-медные. Метод определения меди и серебра
- ГОСТ 16321.1—70 Сплавы серебряно-медные. Метод определения массовой доли серебра
- ГОСТ 16882.1—71 Серебряно-медно-фосфорные припой. Метод определения массовой доли серебра
- ГОСТ 16883.1—71 Серебряно-медно-цинковые припой. Метод определения массовой доли серебра
- ГОСТ 17234—71 Золотые сплавы. Метод определения массовой доли золота и серебра
- ГОСТ 27067—86 Аммоний роданистый. Технические условия
- ГОСТ 27973.1—88 Золото. Методы атомно-эмиссионного определения примесей
- ГОСТ 27973.2—88 Золото. Метод атомно-эмиссионного анализа с индукционной плазмой
- ГОСТ 27973.3—88 Золото. Метод атомно-абсорбционного анализа
- ГОСТ 28353.1—89 Серебро. Метод атомно-эмиссионного анализа
- ГОСТ 28353.2—89 Серебро. Метод атомно-эмиссионного анализа с индукционной плазмой
- ГОСТ 28353.3—89 Серебро. Метод атомно-абсорбционного анализа

ТУ 6-09-4708—79 Аммоний роданистый (без железа) (аммоний роданид; аммоний тиоцистат)

ТУ 6-09-5359—88 Аммоний железо (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные)

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ДСТУ 2829.0.

3.2 Анализ проб лома изделий из серебра проводят по ГОСТ 28353.1 — ГОСТ 28353.3.

3.3 Содержание серебра в пробах лома изделий из серебряно-платиновых сплавов определяют по ГОСТ 12555.1, из серебряно-медных сплавов — по ГОСТ 16321.1, из серебряно-медно-цинковых припоев — по ГОСТ 16883.1, из серебряно-медно-фосфорных припоев — по ГОСТ 16882.1, из золота — по ГОСТ 27973.1 — ГОСТ 27973.3, из сплавов золота — по ГОСТ 17234, из платины — по ГОСТ 12226, из платино-родиевых сплавов — по ГОСТ 12556.2, из иридия — по ГОСТ 12223.0, из палладия — по ГОСТ 12225, из палладиево-серебряно-кобальтовых сплавов — по ГОСТ 12560.1, из палладиево-серебряно-медных сплавов — по ГОСТ 12561.1, из палладиево-серебряных сплавов — по ГОСТ 12558.1.

4 Титриметрический метод (при массовой доле серебра от 10 % до 15 %)

4.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, отделении серебра осаждением соляной кислотой и титровании серебра тиоцианатом аммония в присутствии железоаммонийных квасцов.

4.2 Реактивы и растворы:

- кислота азотная — по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1;
- кислота соляная — по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:40 и 1:5;
- кислота серная — по ГОСТ 4204;
- смесь кислот готовят следующим образом: к 100 см³ воды осторожно при охлаждении приливают 100 см³ серной кислоты, 100 см³ азотной кислоты и перемешивают;
- квасцы железоаммонийные — по ТУ 6-09-5359, насыщенный раствор готовят следующим образом: в стакан вместимостью 250 см³ помещают 42 г квасцов, предварительно хорошо растертых в ступке.

Смачивают 1 — 2 см³ воды, прибавляют 3 — 5 см³ азотной кислоты и растворяют эту смесь в 100 см³ воды. Перед употреблением раствор фильтруют;

— аммония тиоцианат — по ТУ 6-09-4708 или ГОСТ 27067, раствор: 7,60 г тиоцианата аммония растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят водой до метки. Раствор хранят в склянке из темного стекла;

— серебро металлическое марки Ср999,9 — по ГОСТ 6836;

— стандартный раствор серебра:

1 г серебра помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты (1:1), затем добавляют 50 см³ соляной кислоты, кипятят до полного растворения хлорида серебра, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,01 г серебра.

Массовую концентрацию тиоцианата аммония устанавливают следующим образом: 20 см³ стандартного раствора серебра помещают в стакан вместимостью 200 см³, добавляют 2-3 см³ раствора железо-аммонийных квасцов и титруют раствором тиоцианата аммония до появления не исчезающей розовой окраски.

Массовую концентрацию (T , г/см³) раствора тиоцианата аммония, выраженную в граммах серебра в одном кубическом сантиметре, рассчитывают по формуле

$$T = \frac{0,19998}{V}, \quad (1)$$

где 0,19998 — масса серебра, содержащаяся в 20 см³ стандартного раствора, г;

V — объем раствора тиоцианата аммония, израсходованного на титрование, см³.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску пробы массой 1,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ раствора азотной кислоты и разлагают при нагревании. По окончании разложения и удаления оксидов азота раствор разбавляют водой до 100 см³, нагревают до кипения и по каплям добавляют 5 см³ соляной кислоты. Содержимое стакана кипятят до коагуляции осадка хлорида серебра, оставляют стоять на 3 — 4 часа. Осадок отфильтровывают через фильтр «синяя лента», промывают два раза раствором соляной кислоты (1:40), пе-

носят фильтр с осадком в стакан, где проводилось разложение пробы.

4.3.2 В стакан добавляют 10 см³ смеси кислот и растворяют осадок при нагревании до выделения густых паров диоксида серы. В процессе растворения стакан с пробой 1 — 2 раза охлаждают, содержимое стакана обрабатывают 2 — 3 см³ смеси кислот и продолжают нагревать. После полного растворения осадка раствор охлаждают, добавляют 100 см³ воды, кипятят, охлаждают, добавляют 2 — 3 см³ раствора железоммонийных квасцов и титруют раствором тиоцианата аммония до появления не исчезающей розовой окраски.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю серебра (x) в процентах рассчитывают по формуле

$$x = \frac{T \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где T — массовая концентрация тиоцианата аммония, г/см³;
 V — объем раствора тиоцианата аммония, израсходованный на титрование раствора пробы, см³;
 m — масса навески пробы, г.

4.4.2 Расхождение результатов трех параллельных определений не должно превышать допустимое (доверительная вероятность 0,95) значение, равное 0,9 %.

4.4.3 Расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы не должно превышать допустимое (доверительная вероятность 0,95) значение, равное 1,2 %.

5 Титриметрический метод

(при массовой концентрации серебра в растворе от 0,10 г/дм³ до 5 г/дм³ и от 30 г/дм³ до 50 г/дм³)

5.1 Сущность метода

Метод основан на разрушении растворимого комплекса серебра нагреванием с серной и азотной кислотами. Серебро титруется тиоцианатом аммония с добавлением железоммонийных квасцов в качестве индикатора.

5.2 Реактивы и растворы:

- кислота азотная — по ГОСТ 4461;
- кислота серная — по ГОСТ 4204;

— смесь кислот: смешивают азотную и серную кислоты в отношении 1:2;

— квасцы железоаммонийные — по ТУ 6-09-5359, насыщенный раствор; готовят в соответствии с 4.2;

— тиоцианат аммония — по ТУ 6-09-4708;

— раствор А: готовят в соответствии с 4.2.

Массовую концентрацию тиоцианата аммония устанавливают согласно 4.2;

— раствор Б: 50 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят водой до метки;

— серебро металлическое марки Ср999,9 — по ГОСТ 6836;

— стандартный раствор серебра готовят в соответствии с 4.2.

1 см³ раствора содержит 0,01 г серебра.

5.3 Проведение анализа

Анализируемый раствор хорошо взбалтывают, отбирают аликвотную часть в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Массовая концентрация серебра, г/дм ³	Объем аликвотной части, см ³	Концентрация тиоцианата аммония, моль/дм ³
Фиксажные растворы и промывные воды:		
От 0,1 до 0,2 включ.	100	0,01 (раствор Б)
Св. 0,2 « 1,0 «	50	0,01 «
« 1,0 « 2,0 «	100	0,10 (раствор А)
« 2,0 « 5,0 «	50	0,10 «
Электролит серебрения		
От 30 до 50 включ.	5	0,10 «

Раствор помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ смеси кислот и упаривают до полного растворения выпавшего осадка и выделения паров серного ангидрида.

Раствор охлаждают, разбавляют водой до 150 см³, добавляют 2 см³ раствора железоаммонийных квасцов и титруют раствором тиоцианата аммония до исчезающей розовой окраски.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую концентрацию серебра (x) в г/дм³ рассчитывают по формуле

$$x = \frac{T \cdot V}{V_1} \cdot 1000, \quad (3)$$

где T — массовая концентрация тиоцианата аммония, г/см³;
 V — объем раствора тиоцианата аммония, израсходованного на титрование раствора пробы, см³;
 V_1 — объем раствора пробы, взятого на титрование, см³.

5.4.2 Расхождение результатов трех параллельных определений и результатов анализа одной и той же пробы не должно превышать допускаемые (доверительная вероятность 0,95) значения, приведенные в таблице 2.

Таблица 2

Массовая концентрация серебра, г/дм ³	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,1 до 0,5 включ.	0,006	0,010
Св. 0,5 « 2,0 «	0,015	0,024
« 2,0 « 5,0 «	0,030	0,050
От 30 « 50 «	0,500	0,800

ДСТУ 2829.2—94

УДК 669.21/.23.48:543.2

В59

Ключові слова: брукт та відходи дорогоцінних металів і сплавів, срібло, титрометричний метод, тіоціанат амонію, залізоамонійний галун, анодний шлам
