

MARIJANA M. AČANSKI
SLAĐANA M. SAVATOVIĆ
MIRA D. RADIĆ

Tehnološki fakultet, Novi Sad

STRUČNI RAD

546.57:543.21+543.24+
+543.611:546.57-175

GRAVIMETRIJSKO I VOLUMETRIJSKO ODREĐIVANJE ČISTOĆE SREBRA I PROIZVEDENOG SREBRO-NITRATA

Firma ZORKA-PHARMA iz Šapca se pored proizvodnje farmaceutskih preparata bavila i proizvodnjom laboratorijskih hemikalija [1]. Jedan od proizvoda je i hemikalija srebro-nitrat (argentum-nitricum), koji se u ZORKA-PHARMI proizvodio u tri stepena čistoće: pro analysi (p.a.), purissimum (pss.) i purum (pm.), što znači da minimalni sadržaj srebro-nitrata (AgNO_3) mora biti po JUS H.G2.067 99,8%, 99% i 98,5%, redom. Sirovine za proizvodnju srebro-nitrata su elektrolitički rafinisano srebro, azotna kiselina (p.a.) i demineralizovana voda. Kako proizvedeni srebro-nitrata nije zadovoljio stepen čistoće p.a. posumnjalo se u čistoću elektrolitički rafinisanog srebra. Zato je cilj ovog rada bio da se gravimetrijskim i volumetrijskim metodama [2-6] ispita čistoća elektrolizom rafinisanog srebra, kao i čistoća proizvedenog srebro-nitrata.

U prirodi se nalaze relativno male količine srebra [7-9] (sadržaj srebra u zemljinoj kori je $10^{-8}\%$). Srebro se u prirodi uglavnom nalazi u obliku sulfidnih jedinjenja, gotovo uvek zajedno sa sulfidnim rudama drugih metala.

Rude srebra su: *argentit* Ag_2S , *stromajerit* Cu_2S · Ag_2S , *pirargirit* Sb_2S_3 · Ag_2S i *kerargirit* AgCl .

Srebro se u prirodi može naći i kao slobodno, legirano sa drugim plemenitim metalima, u komadima koji mogu da imaju znatnu masu. Najveći komad nađenog prirodnog srebra bio je težak 13,5 tona.

Metode za dobijanje srebra razlikuju se prema tome da li se srebro dobija preradom olovnih, bakarnih i cinkanih ruda ili preradom metalnog srebra, argentita, odnosno drugih ruda ovog metala.

Prilikom dobijanja srebra iz rude, bez obzira na metodu dobijanja, dolazi do ugrađivanja raznih primesa u sam izdvojeni metal. Zato se tako dobijeno srebro tzv. *sirovo srebro* uvek mora prečistiti bez obzira na način dobijanja.

Završni postupak prečišćavanja metala naziva se *elektrolitička rafinacija*.

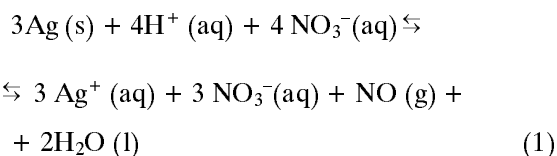
Elektrolitičkom rafinacijom dobija se elektrolitički rafinisano srebro velike čistoće koje sadrži od 99,96 do 99,99% srebra.

Čisto srebro je beo, sjajan metal. Meko je, odlično se kuje i razvlači, pa se može razvući u finu žicu ili istanjiti u tanke listiće. Srebro je najbolji provodnik toplote i električne struje. Gustina srebra je $10,5 \text{ g/cm}^3$, pa se srebro ubraja u teške metale, zato što je njegova gustina veća od 5 g/cm^3 . Srebro se topi na

$960,8 \text{ }^\circ\text{C}$, ključa na $2193 \text{ }^\circ\text{C}$ gradeći plavu paru, čiji su molekuli jednoatomni.

Srebro se u elektrohemijskom nizu metala nalazi na desnoj strani od vodonika, jer spada u red metala neznatne reaktivnosti (plemeniti metali). Srebro je prema kiseoniku postojano kako na običnoj temperaturi tako i pri zagrevanju.

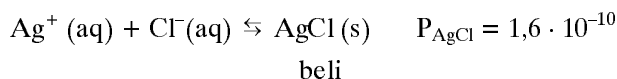
Srebro(I)-nitrat, AgNO_3 , nastaje rastvaranjem srebra u azotnoj kiselini prema reakciji:



Srebro(I)-nitrat iz koncentrovanih vodenih rastvora kristališe u obliku bezbojnih, rombičnih kristala. Topi se na $212 \text{ }^\circ\text{C}$. Zbog svoje lake rastvorljivosti u vodi srebro(I)-nitrat je važno jedinjenje srebra. Upotrebljava se uvek kada je srebro(I)-jon potreban u vodenom rastvoru. Srebro-nitrat je važan i zato što se često koristi za dobijanje ostalih jedinjenja srebra. Pod dejstvom svetlosti se raspada, kao i većina drugih jedinjenja srebra, zato se obično čuva u bocama od zatamnjenog stakla.

U analitičkoj hemiji srebro(I)-nitrat se koristi kao primarni standard. Međutim, zbog osetljivosti rastvora na svetlost, koncentracija srebro(I)-nitrata se mora proveriti pomoću natrijum-hlorida (p.a.).

Od jedinjenja srebra oksidacionog stanja +1, veliki značaj imaju halogenidi srebra: srebro(I)-hlorid, AgCl , srebro(I)-bromid, AgBr i srebro(I)-jodid, AgI . Ovi halogenidi srebra su teško rastvorne soli i dobijaju se delovanjem rastvora odgovarajućeg halogenida na rastvor srebro(I)-jona:

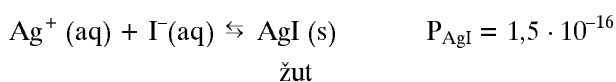
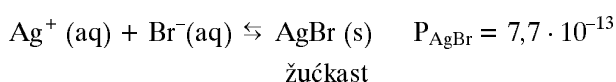


Adresa autora: M. Ačanski, Tehnološki fakultet, Bulevar Cara Lazara 1, 21000 Novi Sad

E-mail: macanski@tehnol.ns.ac.yu

Rad primljen: Novembar 09, 2006.

Rad prihvaćen: Januar 08, 2007.



EKSPERIMENTALNI DEO

Gravimetrijska određivanja čistoće elektrolitički rafinisanog srebra

Priprema polaznog rastvora srebro(I)-jona:

Odmereno srebro (6,4241 g elektrolitički rafinisanog srebra) je rastvoreno u 48%-tnom rastvoru HNO_3 p. a., uz pažljivo zagrevanje i napravljen je rastvor $c(\text{Ag}^+) = 0,0596$ mol/L. Zbog osetljivosti rastvora na svetlost merni sud je uvijen u aluminijumsku foliju.

Čistoća srebra je određivana taloženjem srebro(I)-jona u obliku AgCl , AgBr i AgI .

Ovaj rastvor je korišćen i za volumetrijska određivanja.

Taloženje srebro(I)-jona u obliku AgCl , AgBr i AgI

Koncentracija taložnih reagenasa (NaCl , NaBr i NaI) iznosila je $\sim 0,1$ mol/L.

Pipetom od 25 ml odmeravane su i prenošene probe polaznog rastvora srebro(I)-jona, $c(\text{Ag}^+) = 0,0596$ mol/L, u staklene čaše od 400 ml u kojima će srebro(I)-jon biti istaložen. Svakoj probi dodato je nešto više od 15 ml taložnog reagensa, uz mešanje staklenim štapićem. Dobijene suspenzije su zagrejane gotovo do ključanja, posle čega su ostavljene da stoje 24 h u mraku.

Na analitičkoj vagi su izmerene mase staklenih filter lončića G-3 koji su prethodno sušeni u sušnici na 180°C do konstantne mase. Suspenzije su procedene kroz staklene filter lončiće uz upotrebu vakuuma. Taloci su isprani razblaženim rastvorom azotne kiseline, koncentracije $c(\text{HNO}_3) = 0,01$ mol/L.

Stakleni filter lončić sa talozima sušeni su u sušnici na 180°C do konstantne mase. Na analitičkoj vagi izmerene su mase staklenih filter lončića sa talozima AgCl , AgBr i AgI . Radene su po 4 probe.

Gravimetrijsko određivanje čistoće srebro-nitrata proizvedenog u laboratorijskim uslovima

Proizvodnja čvrstog AgNO_3 u laboratorijskim uslovima

Srebro-nitrat je proizveden rastvaranjem elektrolitički rafinisanog srebra u azotnoj kiselini prema jednačini (1). Rastvaranje srebra je ubrzano pažljivim zagrevanjem. Laboratorijska čaša u kojoj je srebro rastvarano pokrivena je sahatnim staklom.

Kada je srebro rastvoreno, čaša sa rastvorom AgNO_3 je ostavljena da stoji 24 h u mraku, kako bi se

azot(IV)-oksid, $\text{NO}_2(\text{g})$, nastao prilikom rastvaranja srebra, oslobodio iz rastvora.

Sledećeg dana rastvor AgNO_3 je uparen do suva na temperaturi od 110°C .

Priprema polaznog rastvora srebro(I)-jona

Čvrst, kristalni AgNO_3 sušen je na 110°C do konstantne mase. Koncentracija u polaznom rastvoru iznosila je $0,0690$ mol/L. Iz ovog rastvora srebro(I)-jon je taložen natrijum-bromidom, na već prethodno opisan način.

Gravimetrijsko određivanje čistoće srebro-nitrata proizvedenog u industrijskim uslovima u ZORKA-PHARMI

Priprema polaznog rastvora srebro(I)-jona:

Čvrst, kristalni AgNO_3 , prethodno rastvoren i prečišćen kroz filter hartiju, sušen je na 110°C do konstantne mase. Koncentracija srebro(I)-jona u polaznom rastvoru iznosila je $0,0452$ mol/L. Iz ovog rastvora srebro(I)-jon je taložen natrijum-bromidom, na već prethodno opisan način.

Volumetrijska određivanja čistoće elektrolitički rafinisanog srebra

Pripremanje standardnog rastvora natrijum-hlorida NaCl (p.a.)

NaCl je higroskopan pa se suši prvo na temperaturi od 100°C a zatim na temperaturi od 250°C , 1–2 h.

Koncentracija pripremljenog standardnog rastvora NaCl je iznosila $0,1003$ mol/L.

Priprema rastvora srebro-nitrata, AgNO_3 (p.a.)

Čvrst, kristalni AgNO_3 sušen je na 110°C do konstantne mase, a zatim je pripremljen rastvor $c(\text{AgNO}_3)_I = 0,1026$ mol/L.

Zbog osetljivosti rastvora na svetlost merni sud je uvijen u aluminijumsku foliju.

Priprema rastvora srebro-nitrata, AgNO_3 II

Čvrst, kristalni AgNO_3 sušen je na 110°C do konstantne mase, a zatim je pripremljen rastvor $c(\text{AgNO}_3)_{II} = 0,1012$ mol/L.

Zbog osetljivosti rastvora na svetlost merni sud je uvijen u aluminijumsku foliju.

Priprema rastvora srebro-nitrata, AgNO_3 III

Uzorak AgNO_3 II je rastvoren, profiltriran prvo kroz kvalitativnu a zatim kroz kvantitativnu filter hartiju i iskristalisan. Tako dobijen čvrst, kristalan AgNO_3 III sušen je na 110°C do konstantne mase.

Koncentracija pripremljenog rastvora je iznosila $c(\text{AgNO}_3)_{\text{III}}=0,1005$ mol/L. Zbog osjetljivosti rastvora na svetlost merni sud je uvijen u aluminijumsku foliju.

Priprema standardnog rastvora amonijum–tiocijanata, NH_4SCN

Čvrsta kristalna so amonijum–tiocijanata se suši u sušnici na 120°C , 1 h.

Koncentracija pripremljenog standardnog rastvora amonijum–tiocijanata je iznosila $0,0989$ mol/L.

Priprema rastvora indikatora kalijum–hromata, K_2CrO_4

5 g kalijum–hromata, K_2CrO_4 je rastvoreno u 100 ml destilovane vode.

Priprema rastvora indikatora gvožđe(III)–amonijum–sulfata, $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$

10 g gvožđe(III)–amonijum–sulfata, $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) je rastvoreno u 100 ml azotne kiseline, koncentracije, $c(\text{HNO}_3)=6$ mol/L.

NAPOMENA:

Rastvori svih hemikalija su pripremljeni u skladu sa preporukama iz literature [2–6].

Sve korišćene hemikalije bile su stepena čistoće p.a.

Zbog osjetljivosti soli srebra na svetlost, sva određivanja u ovom radu rađena su uz prigušenu dnevnu svetlost, pri čemu se nastojalo da soli srebra ni na takvoj svetlosti ne stoje nepotrebno dugo, da bi određivanja bila što tačnija.

REZULTATI I DISKUSIJA

Cilj ovog rada bio je da se gravimetrijski i volumetrijski odredi čistoća elektrolitički rafinisanog srebra i iz njega proizvedenog srebro–nitrata, dobijenih prema hemijskoj reakciji, (jed. 1), u laboratorijskim uslovima i u industrijskim uslovima u ZORKA–PHARMI. Radi preglednosti prvo će biti diskutovani rezultati dobijeni pri gravimetrijskim, a zatim pri volumetrijskim određivanjima.

Za svaku gravimetrijsku metodu izračunata je čistoća srebra ili srebro–nitrata.

Takođe su, za svaku metodu ispitivanja čistoće srebra, određene tačnost i reproduktivnost, dok su za metode ispitivanja čistoće srebro–nitrata određene njihove reproduktivnosti. Kao pokazatelj tačnosti poslužila je srednja relativna greška određivanja δ_T (%), a kao pokazatelj reproduktivnosti srednje relativno odstupanje δ (%).

Gravimetrijska određivanja čistoće elektrolitički rafinisanog srebra

Čistoća srebra je određivana taloženjem srebro(I)–jona u obliku AgCl , AgBr i AgI , prema uputstvima datim u eksperimentalnom delu. Dobijeni rezultati prikazani su u tabelama 1 i 2.

Tabela 1. Rezultati određivanja čistoće srebra taloženjem srebro(I)–jona u obliku AgCl , AgBr i AgI .

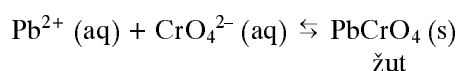
Table 1. The purity of electrolytically refined silver obtained by the gravimetric determination

$M_{\text{uzorka Ag}} = 0,1606$ g				
a)	m_{AgCl} [g]	m_{Ag} [g]	\overline{m}_{Ag} [g]	%Ag
1	0,2140	0,1611		
2	0,2100	0,1581	0,1599	99,56
3	0,2133	0,1605		
4	–	–		
b)	m_{AgBr} [g]	m_{Ag} [g]	\overline{m}_{Ag} [g]	%Ag
1	0,2803	0,1610		
2	0,2793	0,1604	0,1607	100,06
3	0,2804	0,1611		
4	0,2791	0,1603		
c)	m_{AgI} [g]	m_{Ag} [g]	\overline{m}_{Ag} [g]	%Ag
1	0,3498	0,1607		
2	0,3498	0,1607	0,1608	100,12
3	0,3503	0,1609		
4	–	–		

Na osnovu dobijenih rezultata iz tabela 1 i 2, vidi se da se radi o uzorku srebra visokog stepena čistoće.

Najmanja srednja relativna greška (δ_T), kao i najmanje srednje relativno odstupanje (δ), dobijeno je taloženjem srebro(I)–jona u obliku AgI . Navedene vrednosti su $\delta_T = 0,12$ i $\delta = 0,06$. Nešto više vrednosti srednje relativne greške i srednjeg relativnog odstupanja dobijene su kada je srebro(I)–jon taložen kao AgBr , $\delta_T = 0,25$ i $\delta = 0,25$, dok su najviše vrednosti srednje relativne greške i srednjeg relativnog odstupanja dobijene kada je srebro(I)–jon taložen kao AgCl , $\delta_T = 0,62$ i $\delta = 0,75$.

Nakon završene gravimetrijske analize u kojoj je srebro(I)–jon taložen kao AgCl , talozi AgCl su sakupljeni u kivetu i preliveni sa nekoliko kapi vruće destilovane vode. Sadržaj u kivetu je centrifugiran. Rastvor iznad taloga je kapalicom prebačen u epruvetu i urađen je kvalitativan dokaz na olovo(II)–jon, prema reakciji:



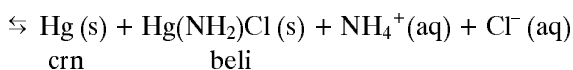
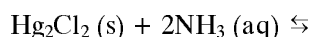
S obzirom da nakon dodatka $\text{K}_2\text{CrO}_4(\text{aq})$ nije nagrađen žut talog olovo(II)–hromata, zaključeno je da olovo(II)–jon nije prisutan u uzorku srebra.

Tabela 2. Vrednosti punktualnih ocena greške (tačnost) i punktualnih ocena odstupanja (reproduktivnost), rezultata iz tabele 1^a
 Table 2. Statistical data of the gravimetric determinations from Table 1^a

a)	Δm_{Ti}	$\delta_{Ti} (\%)$	$\overline{\Delta m_T}$	$\delta_T (\%)$	Δm_i	$\delta_i (\%)$	$\overline{\Delta m}$	$\delta (\%)$
1	0,0005	0,31			0,0012	0,75		
2	0,0025	1,56	0,001	0,62	0,0018	1,13	0,0012	0,75
3	0,0001	0,06			0,0006	0,38		
4	–	–			–	–		
b)	Δm_{Ti}	$\delta_{Ti} (\%)$	$\overline{\Delta m_T}$	$d_T (\%)$	Δm_i	$\delta_i (\%)$	$\overline{\Delta m}$	$\delta (\%)$
1	0,0004	0,25			0,0003	0,19		
2	0,0002	0,12	0,0004	0,25	0,0003	0,19	0,0004	0,25
3	0,0005	0,31			0,0004	0,25		
4	0,0003	0,19			0,0004	0,25		
c)	Δm_{Ti}	$\delta_{Ti} (\%)$	$\overline{\Delta m_T}$	$d_T (\%)$	Δm_i	$\delta_i (\%)$	$\overline{\Delta m}$	$\delta (\%)$
1	0,0001	0,06			0,0001	0,06		
2	0,0001	0,06	0,0002	0,12	0,0001	0,06	0,0001	0,06
3	0,0003	0,19			0,0001	0,06		
4	–	–			–	–		

^a Δm_{Ti} – apsolutna greška; $\delta_{Ti} (\%)$ – relativna greška; Δm_T – srednja vrednost apsolutne greške; $\delta_T (\%)$ – srednja relativna greška; Δm_i – apsolutno odstupanje; $\delta_i (\%)$ – relativno odstupanje; Δm – srednja vrednost apsolutnog odstupanja; $\delta (\%)$ – srednje relativno odstupanje.

Nakon toga je talog AgCl preliven, NH₃(aq). Kako talog nije pocrneo prema reakciji:



Zaključeno je da ni živa(I)–jon nije prisutna u uzorku srebra.

Gravimetrijsko određivanje čistoće srebro–nitrata proizvedenog u laboratorijskim uslovima

Čistoća proizvedenog srebro–nitrata u laboratorijskim uslovima, prema uputstvu datom u eksperimentalnom delu, gravimetrijski je određena metodom taloženja srebro(I)–jona u obliku AgBr. Dobijeni rezultati prikazani su u tabelama 3 i 4.

Rezultati pokazuju da se radi o uzorku AgNO₃ čistoće 99,45%. Srednje relativno odstupanje iznosilo je $\delta = 0,38\%$. Ovaj stepen čistoće još uvek ne zado-

Tabela 3. Rezultati određivanja čistoće srebro–nitrata taloženjem srebro(I)–jona u obliku AgBr
 Table 3. The purity of electrolytically refined silver obtained by the gravimetric determination

$m_{\text{uzorak AgNO}_3} = 0,2931 \text{ g}$				
B.M.	$m_{\text{AgBr}} [\text{g}]$	m_{AgNO_3}	$\overline{m}_{\text{AgNO}_3} [\text{g}]$	%AgNO ₃
1	0,3215	0,2909		
2	0,3209	0,2903	0,2915	99,45
3	0,3241	0,2932		
4	–	–		

Tabela 4. Vrednosti punktualnih ocena odstupanja (reproduktivnost), rezultata iz tabele 3^a

Table 4. Statistical data of the gravimetric determination results from Table 3^a

$m_{\text{uzorak AgNO}_3} = 0,2931 \text{ g}$				
B.M.	Δm_i	$\delta_i (\%)$	Δm	$\delta (\%)$
1	0,0006	0,21		
2	0,0012	0,41	0,0011	0,38
3	0,0016	0,55		
4	–	–		

^a Δm_i – apsolutno odstupanje; $\delta_i (\%)$ – relativno odstupanje; Δm – srednja vrednost apsolutnog odstupanja; $\delta (\%)$ – srednje relativno odstupanje.

voljava kvalitet p.a. U obzir treba uzeti i eksperimentalnu grešku. Zato će u nastavku ispitivanja čistoća proizvedenog AgNO₃ biti ispitana i volumetrijskim metodama analize.

Gravimetrijsko određivanje čistoće srebro–nitrata proizvedenog u industrijskim uslovima u ZORKA–PHARMI

Čistoća uzorka srebro–nitrata proizvedenog u industrijskim uslovima u ZORKA–PHARMA, gravimetrijski je određena taloženjem srebro(I)–jona u obliku AgBr. Dobijeni rezultati prikazani su u tabelama 5 i 6.

Čistoća uzorka AgNO₃ iznosila je 98,38%, što ne zadovoljava ni stepen čistoće purum. Međutim,

Tabela 5. Rezultati određivanja čistoće srebro-nitrata taloženjem srebro(I)-jona u obliku AgBr

Table 5. The purity of electrolytically refined silver obtained by the gravimetric determination

$m_{\text{uzorak AgNO}_3} = 0,1918 \text{ g}$				
B.M.	$m_{\text{AgBr}} [\text{g}]$	$m_{\text{AgNO}_3} [\text{g}]$	$\overline{m}_{\text{AgNO}_3} [\text{g}]$	$\% \text{AgNO}_3$
1	0,2076	0,1878		
2	0,2081	0,1883	0,1887	98,38
3	0,2099	0,1899		
4	–	–		

Tabela 6. Vrednosti punktualnih ocena odstupanja (reproduktivnost), rezultata iz tabele 5^aTable 6. Statistical data of the gravimetric determination results from Table 5^a

B.M.	Δm_i	$\delta_i (\%)$	$\overline{\Delta m}$	$\delta (\%)$
1	0,0009	0,48		
2	0,0004	0,21	0,0008	0,42
3	0,0012	0,64		
4	–	–		

^a Δm_i – apsolutno odstupanje; $\delta_i (\%)$ – relativno odstupanje; $\overline{\Delta m}$ – srednja vrednost apsolutnog odstupanja; $\delta (\%)$ – srednje relativno odstupanje.

ova čistoća AgNO_3 je dobijena nakon prečišćavanja izuzetno zaprljanog i onečišćenog uzorka kroz filter hartiju.

U nastavku ispitivanja prešlo se na volumetrijske metode. Naime, volumetrijskim metodama: metodom po Mohr-u i metodom po Volhardt-u određivana je čistoća srebra i iz njega proizvedenog srebro-nitrata, u industrijskim uslovima u ZORKA-PHARMA (prema reakciji 1).

S obzirom da je iz ZORKE-PHARMA dobijen uzorak AgNO_3 I, koji je prošao test čistoće p.a., prvo su na ovom uzorku urađena volumetrijska ispitivanja kako bi se ustanovila validnost metoda po Mohr-u i po Volhardt-u.

Određivanja metodom po Mohr-u

Postupkom po Moru [2,4] ne može se titrovati rastvor srebro-nitrata rastvorom hlorida, jer indikator K_2CrO_4 odmah daje sa jonima srebra crvenomrki talog Ag_2CrO_4 , koji suviše sporo reaguje sa hloridnim jonima, što mnogo otežava i usporava titraciju. Zbog navedenog razloga u svim ispitivanjima metodom po Moru rastvor srebro-nitrata čija se koncentracija određivala se nalazio u bireti i tim rastvorom su titrisane probe od 25 ml rastvora natrijum-hlorida koncentracije $c(\text{NaCl}) = 0,1003 \text{ mol/L}$, uz prisustvo indikatora K_2CrO_4 . Koncentracija rastvora srebro-nitrata je računata prema jednačini titracije [2], odakle sledi da je:

$$n(\text{NaCl}) = n(\text{AgNO}_3) \quad (2.a)$$

$$\frac{c(\text{NaCl}) \cdot V(\text{NaCl})}{1000} = \frac{c(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3)}{1000}, \quad (2.b)$$

odnosno,

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{c(\text{NaCl}) \cdot V(\text{NaCl})}{V(\text{AgNO}_3)} = \frac{0,1003 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot 25 \text{ ml}}{V(\text{AgNO}_3)} \quad (2.c)$$

Zapremina $V(\text{AgNO}_3)$ je zapremina koja je određivana eksperimentalno. Naime, nakon postizanja završne tačke titracije, zapremina srebro-nitrata potrošena za titraciju 25 ml rastvora, natrijum-hlorida, $c(\text{NaCl}) = 0,1003 \text{ mol/L}$, je očitana sa birete.

Rezultati određivanja koncentracije srebro-nitrata čistoće p.a. (uzorak I), metodom po Mohr-u, prikazani su u tabeli 7.

Na osnovu vrednosti iz tabele 7 vidi se da je metodom po Mohr-u dobijena ista koncentracija rastvora srebro-nitrata (uzorak I), kao što je i koncentracija polaznog rastvora srebro-nitrata, čime je validnost metode potvrđena.

Tabela 7. Rezultati određivanja koncentracije $c(\text{AgNO}_3)_I$ metodom po Mohr-u^a

Table 7. The results of determining the silver nitrate concentration according to Mohr

Uzorak I, AgNO_3 p.a.			$C(\text{AgNO}_3) = 0,1026 \text{ mol/L}$
B.M.	$V(\text{AgNO}_3) [\text{ml}]$	$c(\text{AgNO}_3) [\text{mol/L}]$	$\overline{c}(\text{AgNO}_3) [\text{mol/L}]$
1	24,40	0,1028	
2	24,50	0,1023	0,1026
3	24,40	0,1028	
4	24,50	0,1023	

^a B.M. – broj titracija; $V(\text{AgNO}_3)$ – zapremina rastvora srebro-nitrata utrošena za titraciju 25 ml rastvora natrijum-hlorida; $C(\text{NaCl}) = 0,1003 \text{ mol/L}$; $c(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija napravljenog rastvora srebro-nitrata data u gornjem desnom uglu; $c(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija rastvora srebro-nitrata izračunata prema jednačini 2.c; $\overline{c}(\text{AgNO}_3)$ – srednja vrednost koncentracije uzorka rastvora srebro-nitrata čija se čistoća određuje.

Dobijeni rezultati su i statistički obrađeni. Statistička obrada podataka prikazana je u tabeli 8.

Kao pokazatelj tačnosti poslužila je srednja relativna greška određivanja $\delta_T (\%)$, a kao pokazatelj reproduktivnosti srednje relativno odstupanje $\delta (\%)$. Navedene vrednosti su $\delta_T = 0,29$ i $\delta = 0,29$.

Tabela 8. Vrednost punktualnih ocena greške (tačnost) i punktualnih ocena odstupanja (reproduktivnost) za uzorak I^a
Table 8. Statistical data of the volumetric determinations from Table 7

B.M.	Δc_{Ti}	$\delta_{Ti} (\%)$	$\overline{\Delta c_T}$	$\overline{\delta_T} (\%)$	Δc_i	$\delta_i (\%)$	$\overline{\Delta c}$	$\delta (\%)$
1	0,0002	0,19			0,0002	0,19		
2	0,0003	0,29			0,0003	0,29		
3	0,0002	0,19	0,0003	0,29	0,0002	0,19	0,0003	0,29
4	0,0003	0,29			0,0003	0,29		

^a Δc_{Ti} – apsolutna greška; $\delta_{Ti} (\%)$ – relativna greška; $\overline{\Delta c_T}$ – srednja vrednost apsolutne greške; $\overline{\delta_T} (\%)$ – srednja relativna greška; Δc_i – apsolutno odstupanje; $\delta_i (\%)$ – relativno odstupanje; $\overline{\Delta c}$ – srednja vrednost apsolutnog odstupanja; $\delta (\%)$ – srednje relativno odstupanje.

Uzorci srebro–nitrata II i III su metodom po Mohr–u određivani na isti način kao i uzorak I (AgNO₃ p.a.). Dobijeni rezultati, kao i statistička obrada reproduktivnosti rezultata prikazani su u tabelama 9–12.

Tabela 9. Rezultati određivanja koncentracije $c(\text{AgNO}_3)_{\text{II}}$ metodom po Mohr–u^a

Table 9. The results of determining $c(\text{AgNO}_3)_{\text{II}}$ according to Mohr

Uzorak II, AgNO ₃ prljav.			$C(\text{AgNO}_3) = 0,1012 \text{ mol/L}$
B.M.	$V(\text{AgNO}_3) [\text{ml}]$	$c(\text{AgNO}_3) [\text{mol/L}]$	$c(\text{AgNO}_3) [\text{mol/L}]$
1	25,00	0,1003	
2	25,10	0,0999	0,1000
3	25,10	0,0999	

^a B.M. – broj titracija; $V(\text{AgNO}_3)$ – zapremina rastvora srebro–nitrata utrošena za titraciju 25 ml rastvora natrijum–hlorida; $c(\text{NaCl})=0,1003 \text{ mol/L}$; $C(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija napravljenog rastvora srebro–nitrata data u gornjem desnom uglu; $c(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija rastvora srebro–nitrata izračunata prema jednačini 2.c; $\bar{c}(\text{AgNO}_3)$ – srednja vrednost koncentracije uzorka rastvora srebro–nitrata čija se čistoća određuje.

Tabela 10. Vrednost punktualnih ocena odstupanja (reproduktivnost) za uzorak II^a

Table 10. Statistical data of the volumetric determinations from Table 9

B.M.	Δc_i	$\delta_i (\%)$	Δc	$\delta (\%)$
1	0,0003	0,3		
2	0,0001	0,1	0,0002	0,20
3	0,0001	0,1		

^a Δc_i – apsolutno odstupanje; $\delta_i (\%)$ – relativno odstupanje; $\overline{\Delta c}$ – srednja vrednost apsolutnog odstupanja; $\delta (\%)$ – srednje relativno odstupanje.

Na osnovu vrednosti iz tabele 9 izračunata je čistoća uzorka srebro–nitrata (II) i ona iznosi 98,81%. Uzorak srebro–nitrata (III) je pripremljen prečišćavanjem uzorka srebro–nitrata (II) kroz filter hartiju. Na osnovu vrednosti iz tabele 3 izračunata

Tabela 11. Rezultati određivanja koncentracije $c(\text{AgNO}_3)_{\text{III}}$ metodom po Mohr–u^a

Table 11. The results of determining $c(\text{AgNO}_3)_{\text{III}}$ according to Mohr

Uzorak III, AgNO ₃ prečišćen.			$C(\text{AgNO}_3) = 0,1005 \text{ mol/L}$
B.M.	$V(\text{AgNO}_3) [\text{ml}]$	$C(\text{AgNO}_3) [\text{mol/L}]$	$c(\text{AgNO}_3) [\text{mol/L}]$
1	24,95	0,1005	
2	25,00	0,1003	0,1003
3	25,00	0,1003	
4	25,10	0,0999	

^a B.M. – broj titracija; $V(\text{AgNO}_3)$ – zapremina rastvora srebro–nitrata utrošena za titraciju 25 ml rastvora natrijum–hlorida; $c(\text{NaCl})=0,1003 \text{ mol/L}$; $C(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija napravljenog rastvora srebro–nitrata data u gornjem desnom uglu; $c(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija rastvora srebro–nitrata izračunata prema jednačini 2.c; $\bar{c}(\text{AgNO}_3)$ – srednja vrednost koncentracije uzorka rastvora srebro–nitrata čija se čistoća određuje.

Tabela 12. Vrednost punktualnih ocena odstupanja (reproduktivnost) za uzorak III^a

Table 12. Statistical data of the volumetric determinations from Table 11

B.M.	Δc_i	$\delta_i (\%)$	Δc	$\delta (\%)$
1	0,0002	0,19		
2	0	0	0,0003	0,29
3	0	0		
4	0,0004	0,39		

^a Δc_i – apsolutno odstupanje; $\delta_i (\%)$ – relativno odstupanje; $\overline{\Delta c}$ – srednja vrednost apsolutnog odstupanja; $\delta (\%)$ – srednje relativno odstupanje.

čistoća uzorka srebro-nitrata (III) je 99,80%, što po JUS-u čini donju granicu čistoće p.a. za srebro-nitrat.

Određivanja metodom po Volhardt-u

Isti uzorci srebro-nitrata (uzorak I, II i III) su ispitivani i metodom po Volhardt-u. Modifikacija ove metode se (kao i kod metode po Mohr-u), sastojala samo u tome što su kao standardni rastvori AgNO_3 , poslužili rastvori uzoraka I, II i III čije su koncentracije i određivane. Naime, kod svih ispitivanja po Volhardt-u priprema uzoraka je rađena na sledeći način: u 25 ml rastvora natrijum-hlorida, $c(\text{NaCl})=0,1003$ mol/L, dodavano je 5 ml rastvora azotne kiseline, $c(\text{HNO}_3)=6$ mol/L, (zbog kisele sredine), a zatim 30 ml rastvora AgNO_3 čija se koncentracija određuje. Nakon odvajanja taloga AgCl , uz sva uputstva koja propisuje literatura [2], filtrat je uz prisustvo indikatora $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$ retitrisan rastvorom amonijum-tiocijanata, $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,0989$ mol/L. Koncentracija rastvora srebro-nitrata je računata prema jednačinama titracije:

Tabela 13. Rezultati određivanja koncentracije $c(\text{AgNO}_3)_I$ metodom po Volhardt-u^a

Table 13. The results of determining $c(\text{AgNO}_3)_I$ according to Volhardt

B.M.	Uzorak I, AgNO_3 p.a.		$C(\text{AgNO}_3) =$ $= 0,1026$ mol/L
	$V(\text{NH}_4\text{SCN})$ [ml]	$c(\text{AgNO}_3)$ [mol/L]	$c(\text{AgNO}_3)$ [mol/L]
1	5,80	0,1027	
2	5,70	0,1024	0,1025
3	5,70	0,1024	

^a B.M. – broj titracija; $V(\text{NH}_4\text{SCN})$ – zapremina amonijum-tiocijanata utrošena za retitraciju rastvora srebro-nitrata, čija se koncentracija određuje; $c(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija napravljenog rastvora srebro-nitrata data u gornjem desnom uglu; $c(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija rastvora srebro-nitrata izračunata prema jednačini 3.b; $\bar{c}(\text{AgNO}_3)$ – srednja vrednost koncentracije uzorka rastvora srebro-nitrata čija se čistoća određuje.

Tabela 14. Vrednost punktualnih ocena greške (tačnost) i punktualnih ocena odstupanja (reproduktivnost) za uzorak I^a

Table 14. Statistical data of the volumetric determinations from Table 13

B.M.	Δc_{Ti}	$\delta_{Ti} (\%)$	$\overline{\Delta c_T}$	$\delta_T (\%)$	Δc_i	$\delta_i (\%)$	$\overline{\Delta c}$	$\delta (\%)$
1	0,0001	0,09			0,0002	0,20		
2	0,0002	0,19	0,0002	0,19	0,0001	0,09	0,0001	0,10
3	0,0002	0,19			0,0001	0,09		

^a Δc_{Ti} – apsolutna greška; $\delta_{Ti} (\%)$ – relativna greška; $\overline{\Delta c_T}$ – srednja vrednost apsolutne greške; $\delta_T (\%)$ – srednja relativna greška; Δc_i – apsolutno odstupanje; $\delta_i (\%)$ – relativno odstupanje; $\overline{\Delta c}$ – srednja vrednost apsolutnog odstupanja; $\delta (\%)$ – srednje relativno odstupanje.

$$n(\text{AgNO}_3) = n(\text{NaCl}) + n(\text{NH}_4\text{SCN}) \quad (3.a)$$

pa dalje sledi:

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{c(\text{NaCl}) \cdot V(\text{NaCl}) + c(\text{NH}_4\text{SCN}) \cdot V(\text{NH}_4\text{SCN})}{V(\text{AgNO}_3)} = \frac{0,1003 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot 25 \text{ ml} + 0,0989 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot V(\text{NH}_4\text{SCN})}{30 \text{ ml}} \quad (3.b)$$

Zapremina $V(\text{NH}_4\text{SCN})$ je zapremina koja je određivana eksperimentalno.

Rezultati određivanja koncentracije srebro-nitrata uzoraka I, II i III metodom po Volhardt-u, kao i statistička obrada dobijenih rezultata prikazani su u tabelama 13–18.

Na osnovu vrednosti iz tabela 13, 15 i 17 izračunata čistoća uzorka I, II i III srebro-nitrata je 99,9%, 98,62%, 99,50%.

Zanimljivo je uporediti rezultate istih uzoraka, rađenih različitim metodama. Metoda po Volhardt-u dala je nešto niže vrednosti čistoće uzorka srebro-nitrata. S obzirom da je uzorak I bio uzorak srebro-nitrata čistoće p.a., reklo bi se da je metoda po Mohr-u bolji izbor za određivanje čistoće srebro-nitrata u poređenju sa metodom po Volhardt-u. U prilog ovoj konstataciji ide i činjenica da je metoda po Mohr-u metoda direktne titracije, a metoda po Volhardt-u je indirektna titracija, a indirektna titracija je uvek manje tačna od direktne titracije.

Volumetrijsko određivanje čistoće elektrolitički rafinisanog srebra

Čistoća srebra je rađena sa uzorkom srebra, pripremljenog na način kako je to opisano u Eksperimentalnom delu ovog rada, i pri tome je dobijen rastvor čija je koncentracija $c(\text{AgNO}_3) = 0,0596$ mol/L. Taj rastvor je u prvo tretiran gravimetrijski i pokazalo se da je elektrolitički rafinisano srebro čistoće >99%. Isti rastvor je u ovom radu ispitan volumetrijski, ali samo metodom po Volhardt-u. Metoda

Tabela 15. Rezultati određivanja koncentracije $c(\text{AgNO}_3)_{\text{II}}$ metodom po Volhardt-u^aTable 15. The results of determining $c(\text{AgNO}_3)_{\text{II}}$ according to Volhardt

Uzorak II, AgNO_3 prljav.		$C(\text{AgNO}_3) = 0,1012 \text{ mol/L}$	
B.M.	$V(\text{NH}_4\text{SCN})$ [ml]	B.M.	$V(\text{NH}_4\text{SCN})$ [ml]
1	4,90	0,0997	
2	5,00	0,1001	0,0998
3	4,90	0,0997	

^a B.M. – broj titracija; $V(\text{NH}_4\text{SCN})$ – zapremina amonijum-tiocijanata utrošena za retitraciju rastvora srebro-nitrata, čija se koncentracija određuje; $C(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija napravljenog rastvora srebro-nitrata data u gornjem desnom uglu; $c(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija rastvora srebro-nitrata izračunata prema jednačini 3.b; $\bar{c}(\text{AgNO}_3)$ – srednja vrednost koncentracije uzorka rastvora srebro-nitrata čija se čistoća određuje.

Tabela 16. Vrednost punktualnih ocena odstupanja (reproduktivnost) za uzorak II^a

Table 16. Statistical data of the volumetric determinations from Table 15

B.M.	Δc_i	δ_i (%)	Δc	δ (%)
1	0,0001	0,10		
2	0,0003	0,30	0,0002	0,20
3	0,0001	0,10		

^a Δc_i – apsolutno odstupanje; δ_i (%) – relativno odstupanje; Δc – srednja vrednost apsolutnog odstupanja; δ (%) – srednje relativno odstupanje.

Tabela 17. Rezultati određivanja koncentracije $c(\text{AgNO}_3)_{\text{III}}$ metodom po Volhardt-u^aTable 17. The results of determining $c(\text{AgNO}_3)_{\text{III}}$ according to Volhardt

Uzorak III, AgNO_3 prečišćen.			$C(\text{AgNO}_3) = 0,1005 \text{ mol/L}$
B.M.	$V(\text{NH}_4\text{SCN})$ [ml]	$c(\text{AgNO}_3)$ [mol/L]	$\bar{c}(\text{AgNO}_3)$ [mol/L]
1	5,00	0,1001	
2	5,00	0,1001	0,1000
3	4,90	0,0997	

^a B.M. – broj titracija; $V(\text{NH}_4\text{SCN})$ – zapremina amonijum-tiocijanata utrošena za retitraciju rastvora srebro-nitrata, čija se koncentracija određuje; $C(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija napravljenog rastvora srebro-nitrata data u gornjem desnom uglu; $c(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija rastvora srebro-nitrata izračunata prema jednačini 3.b; $\bar{c}(\text{AgNO}_3)$ – srednja vrednost koncentracije uzorka rastvora srebro-nitrata čija se čistoća određuje.

Tabela 18. Vrednost punktualnih ocena odstupanja (reproduktivnost) za uzorak III^a

Table 18. Statistical data of the volumetric determinations from Table 17

B.M.	Δc_i	δ_i (%)	Δc	δ (%)
1	0,0001	0,1		
2	0,0001	0,1	0,0002	0,20
3	0,0003	0,3		

^a Δc_i – apsolutno odstupanje; δ_i (%) – relativno odstupanje; Δc – srednja vrednost apsolutnog odstupanja; δ (%) – srednje relativno odstupanje.

po Mohr-u nije rađena jer je rastvor u startu već bio kiseo.

Za proračun koncentracije srebro-nitrata tj. čistoće uzorka korišćen je izraz, prema kome je koncentracija $c(\text{AgNO}_3)$:

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{0,1003 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot 5 \text{ ml} + 0,0989 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot V(\text{NH}_4\text{SCN})}{15 \text{ ml}} \quad (3.c)$$

Rezultati određivanja elektrolitički rafinisanog srebra prikazani su u tabeli 19, a rezultati statističke obrade eksperimentalnih podataka u tabeli 20.

Na osnovu vrednosti iz tabele 19 dobijena koncentracija rastvora AgNO_3 tj. srebro(I)-jona je 0,0593 mol/L tj. čistoća srebra je 99,49%. U poređenju sa rezultatima čistoće srebra dobijenim u gravimetrijskim ispitivanjima i ovaj rezultat je takođe nešto niži, ali potvrđuje da se radi o srebru velikog stepena čistoće. Da li su u uzorku srebra prisutni i

Tabela 19. Rezultati određivanja koncentracije $c(\text{AgNO}_3)$ metodom po Volhardt-u^aTable 19. The results of determining $c(\text{AgNO}_3)$ according to Volhard

Uzorak rađen gravimetrijski			$C(\text{AgNO}_3) = 0,0596 \text{ mol/L}$
B.M.	$V(\text{NH}_4\text{SCN})$ [ml]	$c(\text{AgNO}_3)$ [mol/L]	$\bar{c}(\text{AgNO}_3)$ [mol/L]
1	3,90	0,0591	
2	3,90	0,0591	0,0593
3	4,00	0,0598	

^a B.M. – broj titracija; $V(\text{NH}_4\text{SCN})$ – zapremina amonijum-tiocijanata utrošena za retitraciju rastvora srebro-nitrata, čija se koncentracija određuje; $C(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija napravljenog rastvora srebro-nitrata data u gornjem desnom uglu; $c(\text{AgNO}_3)$ – koncentracija rastvora srebro-nitrata izračunata prema jednačini 3.c; $\bar{c}(\text{AgNO}_3)$ – srednja vrednost koncentracije uzorka rastvora srebro-nitrata čija se čistoća određuje.

Tabela 20. Vrednost punktualnih ocena greške (tačnost) i punktualnih ocena odstupanja (reproduktivnost)^a
 Table 20. Statistical data of the volumetric determinations from Table 19

B.M.	$\Delta c_{T,i}$	$\delta_{T,i} (\%)$	Δc_T	$\delta_T (\%)$	Δc_i	$\delta_i (\%)$	Δc	$\delta (\%)$
1	0,0005	0,84			0,0002	0,34		
2	0,0005	0,84	0,0004	0,67	0,0002	0,34	0,0003	0,51
3	0,0002	0,34			0,0005	0,84		

^a $\Delta c_{T,i}$ – apsolutna greška; $\delta_{T,i} (\%)$ – relativna greška; $\overline{\Delta c_T}$ – srednja vrednost apsolutne greške; $\delta_T (\%)$ – srednja relativna greška; Δc_i – apsolutno odstupanje; $\delta_i (\%)$ – relativno odstupanje; $\overline{\Delta c}$ – srednja vrednost apsolutnog odstupanja; $\delta (\%)$ – srednje relativno odstupanje.

tragovi, količine ($5 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-3} \%$) metala kao što su: Pb, Cu, Fe, Mn i Zn ne može se reći, jer klasična analitika ne daje mogućnost određivanja ovako malih količina primesa.

Ispitivanja tragova metala se rade instrumentalnim metodama analize.

ZAKLJUČAK

U ovom radu određivana je čistoća elektrolitički rafinisanog srebra i proizvedenog srebro-nitrata (jednačina 1) u industrijskim uslovima u ZORKA-PHARMA i u laboratorijskim uslovima. Čistoća srebra je ispitivana metodama klasične analitike.

Na osnovu rezultata volumetrijske i gravimetrijske analize došlo se do sledećih zaključaka:

Čistoća elektrolizom rafinisanog srebra je veća od 99%.

Validnost volumetrijskih metoda po Mohr-u i Volhard-t-u za određivanje čistoće uzorka srebro-nitrata, potvrđena je na uzorku srebro-nitrata, koji je u ZORKA-PHARMA prošao test čistoće p.a. Metoda po Mohr-u dala je nešto bolje rezultate u poređenju sa metodom po Volhard-t-u, što se i očekivalo, jer metoda po Mohr-u je direktna titracija, a metoda po Volhard-t-u je indirektna titracija.

Čistoća prljavog uzorka (uzorak II) je između stepena čistoće pss i pm. Prečišćavanjem uzorka II dobijen je uzorak III, čija je čistoća bila donja granica čistoće p.a.

Nakon ovih ispitivanja urađeno je ispitivanje čistoće elektrolizom rafinisanog srebra atomskom apsorpcionom spektrofotometrijom, pri čemu je potvrđeno da je srebro čistoće 99,99%. Čistoća azotne kiseline je p.a., demineralizovana voda je takođe zadovoljavajućeg stepena čistoće, generalni zaključak je da je problem nedovoljne čistoće srebro-nitrata isključivo posledica neadekvatne industrijske proizvodnje.

LITERATURA

- [1] ZORKA-PHARMA, Šabac, 1998.
- [2] Lj.A. Kolarov, E.S. Lončar, M.M. Ačanski, Kvantitativna hemijska analiza–praktikum sa elementima teorije, Tehnološki fakultet, Novi Sad, 1996, str. 93.
- [3] D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, Analytical Chemistry, Harcourt College Publishers, USA, 1997, str. 266.
- [4] I.M. Kolthoff, E.B. Sandell, Neorganska kvantitativna analiza, Naučna knjiga, Beograd, 1968, str. 519.
- [5] Lj. Rajković, A. Perić-Grujić, T. Vasiljević, D. Čičkarić, Analitička hemija– Kvantitativna hemijska analiza – Praktikum, TMF, Beograd, 2004.
- [6] Lj.V. Rajković, Analitička hemija, Zbirka rešenih zadataka, TMF, Beograd, 2005.
- [7] S.R. Arsenijević, Hemija–Opšta i neorganska, Partennon, Beograd, 2001, str. 802.
- [8] B.V. Njekrasov, Opšta hemija, Naučna knjiga, Beograd, 1965, str. 530.
- [9] I. Filipović, S. Lipanović, Opšta i neorganska hemija, Školska knjiga, Zagreb, 1973, str. 899.

SUMMARY**GRAVIMETRIC AND VOLUMETRIC DETERMINATION OF THE PURITY OF ELECTROLYTICALLY REFINED SILVER AND THE PRODUCED SILVER NITRATE**

(Professional paper)

Marijana M. Ačanski, Slađana M. Savatović, Mira D. Radić
Faculty of technology, Novi Sad

Silver is, along with gold and the platinum-group metals, one of the so-called precious metals. Because of its comparative scarcity, brilliant white color, malleability and resistance to atmospheric oxidation, silver has been used in the manufacture of coins and jewelry for a long time. Silver has the highest known electrical and thermal conductivity of all metals and is used in fabricating printed electrical circuits, and also as a coating for electronic conductors. It is also alloyed with other elements such as nickel or palladium for use in electrical contacts.

The most useful silver salt is silver nitrate, a caustic chemical reagent, significant as an antiseptic and as a reagent in analytical chemistry. Pure silver nitrate is an intermediate in the industrial preparation of other silver salts, including the colloidal silver compounds used in medicine and the silver halides incorporated into photographic emulsions. Silver halides become increasingly insoluble in the series: AgCl, AgBr, AgI. All silver salts are sensitive to light and are used in photographic coatings on film and paper.

The ZORKA-PHARMA company (Šabac, Serbia) specializes in the production of pharmaceutical remedies and lab chemicals. One of its products is chemical silver nitrate (*argentum-nitricum*) (1). Silver nitrate is generally produced by dissolving pure electrolytically refined silver in hot 48% nitric acid. Since the purity of silver nitrate, produced in 2002, was not in compliance with the p.a. level of purity, there was doubt that the electrolytically refined silver was pure.

The aim of this research was the gravimetric and volumetric determination of the purity of electrolytically refined silver and silver nitrate, produced industrially and in a laboratory. The purity determination was carried out gravimetrically, by the sedimentation of silver(I) ions in the form of insoluble silver salts: AgCl, AgBr and AgI, and volumetrically, according to Mohr and Volhard. The purity of electrolytically refined silver obtained volumetrically, according to Volhard, was 99.49%. The results suggest that the purity of electrolytically refined silver was higher than 99%. After all of these determinations, the purity of electrolytically refined silver was examined by atomic absorption spectrometry and the results confirmed that the purity of electrolytically refined silver was 99.99%. Electrolytically refined silver contained other metals: Mn, Cu, Fe, Zn, Pb, Cd, and the contents of these metals were: 1.15 ppm; 0.75 ppm; 0.65 ppm; 1.82 ppm; < 0.07 ppm and < 0.01 ppm, respectively.

Key words: Electrolytically refined silver • Silver nitrate • Purity • Quantitative chemistry analysis • Gravimetric analysis • Volumetric analysis •

Ključne reči: Elektrolitički rafinirano srebro • Srebro-nitrat • Čistoća • Kvantitativna hemijska analiza • Gravimetrijska analiza • Volumetrijska analiza •