

Fällungstitrationsen

12. Versuch:

Bestimmung von Silber nach Volhard (1874)

Silber war und ist neben seiner Bedeutung als Anlage- und Münzmetall auch ein wichtiger industrieller Rohstoff. Obwohl es ein hervorragender elektrischer Leiter ist, wird es aufgrund seiner Seltenheit nicht bevorzugt in der Elektrotechnik eingesetzt.

Die Bedeutung in der Fotografie ist aufgrund der digitalen Medien rückläufig.

Geschichtlich auch für Sachsen bedeutsam war der Aufschwung nach Auffinden der ersten Silbervorkommen im Erzgebirge im 12. Jahrhundert und besonders im ausgehenden 15. Jahrhundert im Obererzgebirge.

Die Ausprägung von Silbermünzen in St. Joachimsthal (Jachymov) im böhmischen Teil des Erzgebirges durch die Grafen Schlick war namensgebend für ein ganzes Währungssystem.

Daneben wird Silber auch in der Schmuckverarbeitung und für Haushaltsgegenstände verwendet.

Bei den Gehaltsbestimmungen von Silber wird die schlechte Löslichkeit seiner Halogenide und Pseudohalogenide ausgenutzt, die entweder direkt zur Erkennung des Äquivalenzpunktes herangezogen werden (Bestimmung nach Gay-Lussac) oder unter Verwendung geeigneter Indikatoren (Bestimmung nach Fajans, Mohr oder Volhard) den Äquivalenzpunkt anzeigen.

Nachfolgend soll eine Methode vorgestellt werden, die den Silbergehalt in Legierungen durch Fällungstitration mit einer Ammoniumthiocyanatlösung ermittelt.

Durchführung:

Lösen Sie ihre etwa 0,200 g Ihrer Legierung in etwa 10 mL halbkonzentrierter Salpetersäure auf. Erwärmen Sie die Mischung vorsichtig bis alle festen Anteile gelöst sind und kochen Sie die entstandene Lösung auf, bis keine braunen Dämpfe mehr entstehen.

Nach dem Abkühlen wird unter Zusatz von 2 bis 3 mL Ammoniumeisen(III)-Indikator auf das zehnfache Volumen mit Wasser verdünnt und unter ständigem Umschwenken mit Ammoniumthiocyanatlösung titriert, bis ein schwach roter Farbton bestehen bleibt.

Da bei dieser Bestimmung das Einhalten gleicher Arbeitsbedingungen unabdingbar ist, wird ein Vergleichsversuch mit einer 0,1 M Silbernitratlösung wie folgt durchgeführt.

20,0 mL einer 0,1 M Silbernitratlösung werden mit 20 mL einer zweimolaren ausgekochten Salpetersäure gemischt und nach Zusatz des Ammoniumeisen(III)-Indikators auf etwa 100 mL mit Wasser ergänzt und in gleicher Weise wie die Silberprobe titriert.

1,0 mL Ammoniumthiocyanatlösung $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
entspricht 10,7868 mg Silber.

Ammoniumthiocyanat 0,1 M 8 bis 9 g möglichst trockenes NH_4SCN in 1,0 L H_2O

Silbernitrat 0,1 M 8,4937 g in 500,0 mL H_2O

Ammoniumeisen(III)-sulfat-
Indikator kaltgesättigte Lösung, mit ausgekochter Salpetersäure
bis zum Verschwinden einer Braunfärbung
versetzt

Aufgabe:

1. Bestimmen Sie den Silbergehalt Ihrer Legierung nach der angegebenen Vorschrift.

Kontrollfragen:

1. Geben Sie die Umsetzungsgleichungen für die Reaktionen an, die während der Titration zu beobachten sind.

2. Warum muß die verwendete Salpetersäure ausgekocht werden?

3. Welche anderen Bestimmungen des Silbergehalts sind Ihnen bekannt, welche Reaktionen laufen dort ab?

4. Welche Eigenschaften müssen die Indikatoren für Fällungstitrations haben?