

Bestimmung Silber in Legierungen

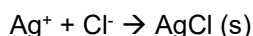
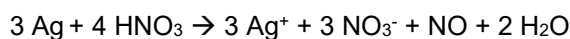
Beschreibung

Die Bestimmung von Silber in Legierungen nach ISO 13756 erfolgt durch Titration mit NaCl- oder KCl-Lösung. Hierzu wird die Probe in Salpetersäure aufgelöst.

Palladium stört die Bestimmung und muss durch Fällung mit Dimethylglyoxim entfernt werden.

Der Silber-Gehalt von Erzen lässt sich analog bestimmen.

Der Silbergehalt wird in ‰ angegeben.



Geräte

Titration	TL 7000 oder höher
Wechselaufsatz	WA 50
Elektrode	AgCl 62 RG
Kabel	L 1 A
Rührer	Magnetrührer TM 235
Laborgeräte	Bechergläser 100 mL
	Magnetrührstab 30 mm
	Uhrglas

Reagenzien

1	Natrium- oder Kaliumchlorid – Lösung 0,1 mol/L
2	Salpetersäure 65%
3	Polyvinylalkohol 0.5%
4	Dimethylglyoxim Dinatriumsalz Octahydrat
5	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

NaCl – Lösung 0,1 mol/L

NaCl – Lösung 0,1 mol/L ist als fertige Maßlösung erhältlich. Die Titerbestimmung kann mit reinem Silber erfolgen.

Salpetersäure 33%

363 ml (508g) HNO_3 65% werden in 400 ml Wasser gegeben und nach dem Abkühlen auf 1L aufgefüllt.

Polyvinylalkohol-Lösung 0,5%

0,5g Polyvinylalkohol werden in 100ml heißem dest. Wasser gelöst.

Dinatrium-Dimethylglyoxim-Lösung 1%

10g Dimethylglyoxim Dinatriumsalz Octahydrat werden in 1 L dest. Wasser gelöst.

Reinigung der Elektrode

Die Elektrode wird mit destilliertem Wasser gereinigt. Für die Lagerung der AgS 62 RG eignet sich dest. Wasser.

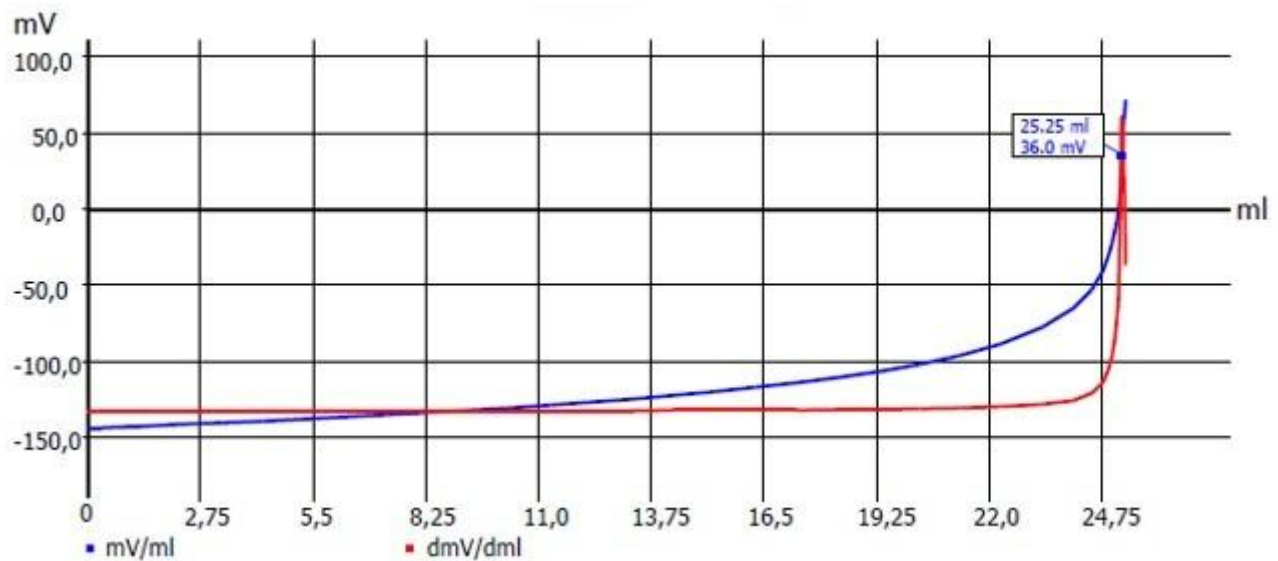
Probenvorbereitung

Die Probe, die ca. 200 – 500mg Ag enthalten sollte wird in ein 150 mL Becherglas gegeben und 5mL HNO_3 33% zugegeben. Das Becherglas wird mit einem Uhrglas abgedeckt und erwärmt, bis sich die Probe gelöst hat und keine Nitrosen Gase mehr entstehen. Ggf. ist etwas mehr HNO_3 notwendig.

Anschließend wird mit dest. Wasser auf ca. 60-80mL aufgefüllt, ca. 0,5 mL Polyvinylalkohol-Lösung 0,5% zugegeben und mit NaCl– Lösung 0,1 mol/L auf 1 EQ titriert.

Enthält Die Probe Palladium, wird die Probe nach Auflösen mit ca. 50mL Dinatrium-Dimethylglyoxim-Lösung 1% versetzt und mit dest. Wasser auf ca. 60-80mL aufgefüllt. Ca. 0,5 mL Polyvinylalkohol-Lösung 0,5% werden zugegeben und mit NaCl– Lösung 0,1 mol/L auf 1 EQ titriert.

Titrationparameter



Standardmethode	---		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	3 s
		Max. Wartezeit	15 s
		Messzeit	3 s
		Drift	10 mV/min
Startwartezeit	5 s		
Dynamik	steep	Max. Schrittweite	1.0 mL
		Steigung bei max. ml	15
		Min. Schrittweite	0.02 mL
		Steigung bei min. ml	230
Dämpfung	keine	Titrationsrichtung	steigend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	400
Max. Titrationsvolumen	50 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

Silber:

$$Ag [\%] = \frac{(EQ1 - B) * T * M * F1}{W * F2}$$

B	0	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
M	107,87	Molekulargewicht Ag
W	man	Probenmenge [g]
F1	1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG,
SI Analytics
Erich-Dombrowski-Straße 4 • D-55127 Mainz

Tel+ 49 6131 894-5111
TechInfo.xags@xylem.com
xylemanalytics.com

Alle Namen sind eingetragene Handelsnamen oder Warenzeichen der Xylem Inc. oder eines seiner Tochterunternehmen.
Technische Änderungen vorbehalten.

© 2025 Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG.

2026/10/07

xylem
Let's Solve Water