

wurde eine Reihe weiterer Versuche angestellt, deren Ergebnisse in Tabelle 5 zusammengestellt sind.

Es ergibt sich zunächst als beachtenswerte Tatsache, auf die Herr Professor Neubauer mich hinwies, daß Gegenwart von freiem Alkali die Reduktionskraft der Kupfermagnesiumlegierung völlig aufhebt. Der Versuch, durch Zusatz von Lauge an Kupfermagnesium zu sparen, schlägt demnach fehl; ebensowenig kann durch Zugabe von gebrannter Magnesia oder von größeren Mengen von Magnesiumchlorid die Reduktionskraft der Legierung erhöht, oder das Überdestillieren des entstandenen Ammoniaks erleichtert werden. Als zur Reduktion von etwa 50 mg Nitrat-

Tabelle 5.

| Angewandte Lösung | Zugegeben wurden | Angewandte Kupfermenge | | Angew. Menge $MgCl_2$ -Lösung | Zurücktitriert wurden | Blinder Wert | Gefundener N | Abweichung v. d. zu erwartenden Wert |
|---|------------------|------------------------|------------|-------------------------------|-----------------------|--------------|--------------|--------------------------------------|
| | | Menge g | Körnung mm | | | | | |
| 50 ccm KNO_3 -Lösung; 1 ccm = etwa 1 mg N | — | 3 | 0,5—1,0 | 5 | 31,75 ¹⁾ | 0,1 | 49,3 | — |
| | — | 3 | 0,5—1,0 | 5 | 31,75 | 0,1 | 49,3 | — |
| | — | 2,5 | 0,5—1,0 | 5 | 31,8 | 0,1 | 49,1 | — 0,2 |
| | — | 2,5 | 0,5—1,0 | 5 | 31,75 | 0,1 | 49,3 | ± 0 |
| | — | 2,5 | 0,2—0,5 | 5 | 31,75 | 0,1 | 49,3 | ± 0 |
| | — | 2,5 | 0,2—0,5 | 5 | 31,7 | 0,1 | 49,5 | ± 0,2 |
| | — | 2,5 | < 0,2 | 5 | 31,8 | 0,1 | 49,1 | — 0,2 |
| | — | 2,5 | < 0,2 | 5 | 31,7 | 0,1 | 49,5 | ± 0,2 |
| | — | 2,0 | < 0,2 | 5 | 32,0 | 0,1 | 48,6 | — 0,7 |
| | — | 2,0 | < 0,2 | 5 | 31,75 | 0,1 | 49,3 | ± 0 |
| | — | 1,5 | < 0,2 | 5 | 32,05 | 0,05 | 48,5 | — 0,8 |
| | — | 1,5 | < 0,2 | 5 | 32,0 | 0,05 | 48,6 | — 0,7 |
| | — | 1,0 | < 0,2 | 5 | 36,4 | 0,05 | 36,2 | — 13,1 |
| | — | 1,0 | < 0,2 | 5 | 37,0 | 0,05 | 34,5 | — 14,8 |
| | — | 1,0 | < 0,2 | 25 | 37,35 | 0,1 | 33,4 | — 15,9 |
| | — | 1,0 | < 0,2 | 25 | 35,85 | 0,1 | 37,7 | — 11,6 |
| | — | 1,0 | < 0,2 | 50 | 36,6 | 0,1 | 35,6 | — 13,7 |
| | — | 1,0 | < 0,2 | 50 | 37,7 | 0,1 | 32,4 | — 16,9 |
| | 2,5 g MgO | 1,0 | < 0,2 | 5 | 36,1 | 0,1 | 37,0 | — 12,3 |
| | 2,5 g MgO | 1,0 | < 0,2 | 5 | 36,7 | 0,1 | 35,3 | — 14,0 |
| | 5 g KOH | 3 | < 0,2 | 5 | 49,1 | 0,1 | 0,05 | — 49,25 |
| | 5 g KOH | 3 | < 0,2 | 5 | 49,05 | 0,1 | 0,2 | — 49,1 |

¹⁾ Vgl. die Anm. zu Tabelle 1.

stickstoff nötige Minimalmenge müssen 2,5 g Legierung angesehen werden. Weiter ist ersichtlich, daß auch durch weitgehende Zerkleinerung des Kupfermagnesiums keine Ersparnis erzielt werden kann: 2 g der Legierung haben bei einer Körngröße < 0,2 mm nicht mehr Reduktionskraft als 2,5 g bei einer Körngröße von 0,5—1,0 mm.

Ich möchte endlich nicht unerwähnt lassen, daß von anderer Seite die naheliegende Frage aufgeworfen wurde, ob sich nicht eine Verkürzung der Destillationszeit dadurch erreichen ließe, daß man zunächst nur mit Kupfermagnesium reduziert, das Übertreiben des Ammoniaks aber durch dann erst erfolgenden Zusatz von wenig konzentrierter Natronlauge zu beschleunigen sucht. Dahingehende Versuche erwiesen, daß auf diesem Wege sich eine Verkürzung der Destillationsdauer um etwa ein Drittel der normalen Zeit erreichen läßt. Ich möchte es aber dahingestellt sein lassen, ob diese Änderung der Methode eine Verbesserung bedeutet und die damit verbundenen unangenehmen Begleitumstände, Komplikation von Apparatur und Arbeitsweise, ausgleicht.

Schließlich sei noch bemerkt, daß auf genaue prozentuelle Zusammensetzung des Kupfermagnesiums kein Wert gelegt zu werden braucht; das Verhältnis von 60% Kupfer und 40% Magnesium wurde, wie ich schon in der obengenannten Veröffentlichung erwähnte, gewählt, weil eine derart zusammengesetzte Legierung eine Sprödigkeit aufweist, die eine Zerkleinerung in Porzellanreihenschalen gestattet. Die Reduktionslegierung ist in gleichmäßig guter Beschaffenheit durch die Aluminium-Magnesiumfabrik A.-G., in Hemelingen bei Bremen zu beziehen.

[A. 198.]

Goldanalysen.

Von Dr. H. Wolff und N. Singalowsky.

(Mitteilung aus dem Öffentl. Chemischen Laboratorium Dr. Heinrich Zellner, Abtlg. Metallurgie und Edelmetalle.)

(Eingeg. am 4.11. 1920.)

In Nr. 88 dieser Zeitschrift¹⁾ beschreibt Herr Dr. Drawe eine Methode zur Bestimmung von Gold in Goldlegierungen.

Die Methode weist nichts prinzipiell Neues auf. Neu ist dagegen die Art und Weise, mit der eine alte, in der ganzen Welt seit langem angewandte und als richtig erachtete Methode mit kurzen Worten ohne zahlenmäßige Belege, ja ohne Belege überhaupt, abgetan wird.

Herrn Dr. Drawe scheint es zu stören, daß die Methode alt ist. Alter einer Methode ist aber kein Fehler.

Wir haben nach unseren Erfahrungen im Laboratorium allen Grund zur Annahme, daß viele der alten Methoden recht gut sind, und daß Mißerfolge mit ihnen häufig nicht auf der Unzulänglichkeit der Methode, sondern auf der des Analytikers beruhen. Dies in Parenthese.

Dr. Drawe begeht eine Reihe verfänglicher Irrtümer. Er zweifelt, daß aus der Goldlegierung das Silber quantitativ mit Salpetersäure herauszulösen ist. Er meint, man könnte es ebensogut unternehmen, das Silber durch Behandlung mit Salzsäure abzuscheiden. „Jedem analytischen Chemiker leuchtet die Undurchführbarkeit solcher Arbeitsweise ein.“ Das ist richtig, aber jeder analytische Chemiker sollte auch wissen, daß es etwas ganz anderes ist, aus einer Legierung ein Metall in Lösung überzuführen und etwas anderes, dieses Metall unmittelbar in eine unlösliche Verbindung überzuführen.

Dr. Drawe hat es nicht für nötig gehalten, für seine Einwände gegen eine in der ganzen Welt als eine der genauesten bekannten analytischen Methode auch nur den Versuch eines Nachweises seiner Behauptung zu erbringen.

Wir wissen nicht, über welche Erfahrung Dr. Drawe über die Methode des Goldprobierens verfügt. Wir sehen aber bei unseren täglich ausgeführten Probierungen, daß wir stets zu dem gleichen Goldgehalt kommen, ganz gleichgültig, ob wir einmal etwas mehr oder ein anderes Mal etwas weniger Gold einwiegen und unabhängig davon, ob wir den Silberzusc. lag etwas geringer oder etwas höher bemessen, wenn dieser nur im gehörigen Mindestüberschuß vorhanden ist. Es wäre geradezu ein Wunder zu nennen, wenn die Übereinstimmung stets eine so große wäre und das „ungelöste Silber“ gerade immer einen aliquoten Teil der Goldeinwage betragen würde. Wir wollen aber nicht in den Fehlern von Herrn Dr. Drawe verfallen und hier auf Grund von Vermutungen und Meinungen diskutieren. Wir haben, um ganz objektiv Herrn Dr. Draues Ansichten nachzuprüfen, 0,15020 und 0,13140 g Feingold eingewogen und haben diese mit je 0,5 g Silber und etwa 8 g Blei kupelliert und abgetrieben. Aus dem Gold/Silberregulus wurde in gewohnter Weise das Silber durch Auskochen mit Salpetersäure entfernt. Wir erhielten als Gewicht des geglühten Goldes 0,15020 und 0,13141 g. Die Bedenken Herrn Dr. Draues, daß Silber zurückbleiben könnte, haben sich also nicht bewahrheitet.

Wir sind aber noch weiter gegangen und haben von einer großen Anzahl (etwa 60) von Goldbestimmungen das resultierende Feingold im Gewichte von genau 10 g in Königswasser gelöst, zur Trockne gedampft und haben den Rückstand mit etwas Salzsäure und Wasser wieder aufgenommen. Wir erhielten eine klare Lösung, auf deren Oberfläche eine ganz minimale Abscheidung zu bemerken war. Diese wog filtriert und geäugt 0,0008 g. Es erwies sich, daß sie noch Au enthielt. Das Filtrat wurde mit Lauge alkalisch gemacht. Ein Niederschlag entstand dabei nicht. Weder Kupfer noch Silber konnten demnach in den 10 g Feingold in irgend welcher im Betracht kommenden Menge nachgewiesen werden, obwohl das verwendete Feingold zum Teil aus Barren stammt, die erhebliche Silber- und Kupfermengen enthielten.

Wir zweifeln nicht, daß Dr. Drawe, wenn er statt seines Angriffes auf die geschätzte alte Methode der Goldbestimmung die Verhältnisse, wie wir es getan haben, nachgeprüft hätte, zum gleichen Resultat gekommen wäre.

Wir haben leider keine Zeit und halten es bei der so bequemen und genauen Trockenmethode der Goldbestimmung auch für unnötig, den von Dr. Drawe vorgeschlagenen Analysengang nachzuprüfen, müssen aber unsererseits die Befürchtungen aussprechen, daß es mit einem einmaligen Ausfällen des Chlorsilbers bei silberreichen Legierungen mit der Genauigkeit etwas hapern möchte: Erstens ist bekanntlich Chlorsilber sehr schwer vollständig in unlösliche Form zu bringen und zweitens besteht die Gefahr, daß der voluminöse Chlorsilber-Niederschlag Gold einschließt. Dieselbe Gefahr besteht dann, wenn es sich um kupferhaltige Legierungen handelt, noch einmal bei der Fällung des Kupfers. Nach Erfahrungen bei anderen Analysen dürfte zum mindesten ein Auflösen und ein zweites Fällen der erhaltenen Niederschläge kaum zu umgehen sein.

[A. 211.]

¹⁾ Angew. Chem. 33, I, 272 [1920].