

303. L. Vanino und L. Seemann:
 Untersuchungen über das Gold. (I. Mittheilung.)
 Zur quantitativen Bestimmung des Goldes und über seine
 Trennung von Platin und Iridium.

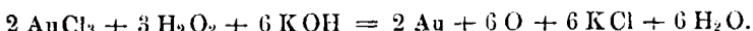
[Mittheilung aus dem chem. Labor. d. Akad. d. Wissensch. zu München.]

(Eingegangen am 22. Juni.)

An die in neuerer Zeit wegen ihrer Einfachheit und bequemen Ausführbarkeit vorgeschlagene Methode, Gold mit alkalischer Formaldehydlösung quantitativ zu bestimmen, möchten wir eine zweite anreihen, welche an Genauigkeit und bequemer Ausführbarkeit nicht nur der Formaldehydmethode, sondern auch allen übrigen an die Seite gestellt werden darf.

Diese Methode gründet sich darauf, dass Goldchloridlösung mittels Wasserstoffsuperoxyd und Kali- bzw. Natron-Lauge zu metallischem Gold reducirt wird. Der Verlauf der Reaction ist hier ein augenblicklicher und selbst in der Kälte in wenigen Minuten beendet, während die Fällung mit Ferrosulfat oder Oxalsäure eine Zeitdauer von zwei, bzw. zwölf Stunden beansprucht, ein Umstand, der sehr für die vorgeschlagene Methode spricht, welche Resultate von genügender Genauigkeit liefert.

In der Literatur¹⁾ finden wir nur die Angabe, dass Goldchlorid durch Wasserstoffsuperoxyd in neutraler Lösung nach der Formel $2 \text{AuCl}_3 + 3 \text{H}_2\text{O}_2 = 2 \text{Au} + 6 \text{O} + 6 \text{HCl}$ gefällt wird. Diese Reaction bedarf jedoch einer längeren Zeitdauer und ist quantitativ noch nicht versucht worden. In alkalischer Lösung aber scheidet sich das Gold in kürzester Zeit schon in der Kälte quantitativ als schwarzer Niederschlag ab, der sich beim Erwärmen zusammenballt und eine rothbraune Farbe annimmt. Die Reaction ist von einer stürmischen Sauerstoffentwickelung begleitet. Sie dürfte nach folgendem Formelbild verlaufen:



Beim Arbeiten mit verdünnten Lösungen empfiehlt es sich, nach der Fällung kurz zu erwärmen und nach dem Erwärmen Salzsäure hinzuzufügen, um den Niederschlag in einer leicht filtrirbaren Form zu erhalten. Es ist darauf zu achten, erst nach dem Erwärmen Salzsäure hinzuzugeben, da sonst bei Gegenwart von Wasserstoffsuperoxyd durch entstehendes Chlor etwas Gold in Lösung gehen könnte.

¹⁾ Muspratt 3, 1819.

Wir theilen in Folgendem die Resultate unserer Analysen mit:

1. Goldbestimmung mit alkalischer Formaldehydlösung, wobei das angewandte Goldchlorid wie bei den folgenden Versuchen 0.16649 betrug:

Theorie: 64.96 pCt.¹⁾. Gefunden: Gold 0.1086 g = 65.23 pCt.

2. Mit H_2O_2 und NaOH:

Gold 0.1082 g = 64.98 pCt.

Bei den folgenden Analysen betrug das angewandte Goldchlorid: 0.4787. Mit H_2O_2 und NaOH in der Wärme:

Gold: 0.3112 g = 65.00 pCt. 0.3120 g = 65.17 pCt.

Nach $\frac{1}{4}$ Stunde in der Kälte:

Gold: 0.3112 g = 65.21 pCt. 0.3099 g = 64.73 pCt.

Methode mit $FeSO_4$:

Gold: 0.3098 g = 64.71 pCt.

Wir versuchten auch das Gold im officinellen Auro-Natriumchloratum nach unserer Methode zu bestimmen, weil die officinelle Methode²⁾ auf praktische Schwierigkeiten stösst, da es bei der Art der Ausführung ausserordentlich schwer zu vermeiden ist, dass entweichende Spuren Decrepitationswasser ein heftiges Umherschleudern der einzelnen Theilchen des Präparates bewirken. Jedoch hatten mehrere Versuche nicht den gewünschten Erfolg, während bekanntlich die Methode mit Alkali und Formaldehyd³⁾ glatt verläuft.

Dass Wasserstoffsuperoxyd und Kalilauge in der That sowohl ein vorzügliches Reagens auf Gold, als auch ein zuverlässiges Mittel zur quantitativen Bestimmung desselben ist, geht auch aus der folgenden Tabelle (S. 1970—1971) hervor, welche die relative Empfindlichkeit der wichtigsten Goldreactionen anzeigt. Angewandt wurden immer 10 ccm Flüssigkeit, wobei der Gehalt an Gold 0.003, 0.0015 etc. betrug. Die Reactionen wurden in der Kälte ausgeführt, die Reactionsdauer betrug ca. 5 Minuten. Zur Ergänzung der Tabelle sei bemerkt, dass Natriumnitrit bei 0.003 eine allmählich braune Färbung, Natriumcarbonat in der Wärme eine blaugrüne Färbung hervorbrachte, während Oxalsäure und schweflige Säure bei genannter Zeitdauer garnicht in Reaction traten.

Während unserer Arbeit sind wir durch die Literatur⁴⁾ auf eine Goldreaction aufmerksam gemacht worden, welche von dem Autor als eine der empfindlichsten angegeben wird; sie soll noch den Nachweis in einer Verdünnung 1:1000000 ermöglichen. Es war nun selbstverständlich, diese Reaction in den Kreis unserer Betrachtungen

¹⁾ Atomgewichte, diese Berichte 32, Heft 1.

²⁾ Pharm. Centralhalle 1890, 31, 558.

³⁾ Vanino, Zur Best. des Goldes im Aur.-natr.-chlor, Pharm. Centralhalle 1891.

⁴⁾ Pharm. Centralhalle 27, 321.

Goldgehalt	0.003 g	0.0015 g	0.0012 g	0.0009 g	0.0006 g
Ferrosulfat	brauner Niederschlag	brauner Niederschlag	brauner Niederschlag	brauner Niederschlag	Blaufärbung
Formaldehyd mit Kalilauge	schwarzer Niederschlag	schwarzer Niederschlag	schwarzer Niederschlag	schwarzer Niederschlag	schwarzer Niederschlag
Mercuronitrat	schwarzer Niederschlag	schwarzer Niederschlag	schwarzer Niederschlag	schwarzer Niederschlag	schwarzer Niederschlag
Schwefelammouium	dunkelgelbe Färbung	—	—	—	—
Schwefelwasserstoff	braun-schwarzer Niederschlag	dunkelbraune Färbung	dunkelbraune Färbung	dunkelbraune Färbung	hellbraune Färbung
Unterphosphorige Säure	rothbrauner Niederschlag	bläuliche Färbung	schwach bläuliche Färbung	—	—
Wasserstoffsuperoxyd mit Kalilauge	schwarzer Niederschlag	schwarzer Niederschlag	schwarzer Niederschlag	schwarzer Niederschlag	dunkelblaue Färbung
Zinchlorür	brauner Niederschlag	brauner Niederschlag	brauner Niederschlag	brauner Niederschlag	Braunfärbung

zu ziehen. Die Ausführung ist folgender Art. »Zu einigen Tropfen einer verdünnten Goldlösung giebt man einige Tropfen einer Lösung von Arsenäure, 2—3 Tropfen Eisenchlorid und 2—3 Tropfen Salzsäure, verdünnt mit 100 ccm Wasser und fügt ein Stückchen Zink hinzu; die Flüssigkeit nimmt nun rund um das Zink alsbald eine purpurne Färbung an, welche sich beim Bewegen der Flüssigkeit in derselben verbreitet und diese rosa oder purpur färbt; diese Färbung erhält sich während einer halben Stunde.« Unsere Untersuchung bestätigte nun, dass diese Reaction in der That zu den sebärfsten und empfindlichsten gehört, jedoch konnten wir eine Intensität der Reaction, wie sie vom Autor angegeben wird, nicht beobachten. Bei einem Goldgehalt von 0.00003 g in 10 ccm Flüssigkeit nahm die Flüssigkeit

0.0003 g	0.00015	0.00012 g	0.00009 g	0.00006 g	0.00003 g
stahlblaue Färbung mit Oberflächenschimmer	bläuliche Färbung	bläuliche Färbung	bläuliche Färbung	bläuliche Färbung, äusserst schwach	—
Dunkelviolettfärbung	Dunkel-violettfärbung	im durchfallenden Licht schwach violet, schwach violet im auffallenden stärker	im durchfallenden Licht schwach violet	schwach schwärzlicher Schimmer, keine dentliche Reaction	—
Graufärbung von feinst verteilem Quecksilber	Graufärbung	Graufärbung	Graufärbung	Graufärbung	—
schwache Braunfärbung	Gelbfärbung	Gelbfärbung	im auf fallenden Licht geblieb, im durchfallenden farblos	—	—
Blaufärbung	Blaufärbung	Blaufärbung	Blaufärbung	bläuliche Färbung, deutliche Reaction	schwach röthliche Färbung mit bläulichem Schimmer
Braunfärbung	Gelbfärbung	Gelbfärbung	Gelbfärbung	gelbliche Färbung	—

nach ca. $\frac{1}{4}$ Stunde eine schöne röthliche Färbung an. Bei einem Gehalt von 0.000015 g Gold jedoch blieb die Reaction aus.

Mittels Wasserstoffsuperoxyd und Kalilauge versuchten wir auch, Silber quantitativ zu bestimmen. Verwendet wurden 50 ccm einer $\frac{1}{10}$ -Normal-Lösung, welche 0.54 Ag enthält. Es ergaben sich nach scharfem Glühen folgende Zahlen:

$$\text{Silber: } 0.5420 \text{ g} = 63.73 \text{ pCt. } 0.5420 \text{ g} = 63.73 \text{ pCt.}$$

Theorie: 63.50 pCt.

Da Platin von Wasserstoffsuperoxyd und Kalilauge in der Kälte nicht gefällt wird, so haben wir auch Trennungen von Gold und Platin versucht. Die Reaction gelingt. Man fällt das Gold auf die oben beschriebene Weise und bestimmt im Filtrate das Platin, indem

man es mit Schwefelwasserstoff abscheidet, glüht und als metallisches Platin zur Wägung bringt, eine Bestimmung, welche nach unserer Erfahrung empfehlenswerther ist, als die gewöhnliche mit Ferrosulfat ausgeführte. Wir erhielten folgende Resultate:

- I. Angewandtes Goldchlorid: 0.3283 g.
 Theorie: Gold = 64.96 pCt.
 Gefunden: » 0.2130 g = 64.88 pCt.
 Angewandtes Platinchlorid: 0.3789 g.
 Theorie: Platin = 57.87 pCt.
 Gefunden: » 0.2198 g = 58.01 pCt.
- II. Angewandtes Goldchlorid: 0.1554 g.
 Theorie: Gold = 64.96 pCt.
 Gefunden: » 0.1013 g = 65.18 pCt.
 Angewandtes Platinchlorid: 0.2852 g.
 Theorie: Platin = 57.87 pCt.
 Gefunden: » 0.1658 g = 58.13 pCt.

Auf diese Weise lässt sich auch Gold von Iridium trennen, während Ruthenium sich nach der gleichen Methode von Gold nicht trennen lässt, da Rutheniumchloridlösung gegen Wasserstoffsuperoxyd und Kalilauge reagirt. Eine Lösung von Gold- und Iridium-Chlorid, welche 0.2647 g Goldchlorid enthielt, ergab:

Gold: 0.1716 g = 64.82 pCt. 0.1718 g = 64.90 pCt.
 Theorie: Gold = 64.96 pCt.

B e r i c h t i g u n g.

Jahrgang 32, S. 1426, Z. 9 v. o. lies: »C 70.92« statt »C 72.92«.
