

Quantitative Bestimmung von Silber und Gold mittelst salzsaurem Hydroxylamin

von

Prof. Alex. Lainer.

Aus dem Laboratorium der k. k. Lehr- und Versuchsanstalt für Photographie und Reproductionsverfahren in Wien.

(Vorgelegt in der Sitzung am 3. December 1891.)

I. Das salzsaure Hydroxylamin im Vereine mit Ätzkali eignet sich in vortrefflicher Weise zur quantitativ-analytischen Bestimmung des Silbers im Silbernitrat-, Silbernatriumthiosulfat- und Kaliumsilberecyanid, sowie zur vollständigen Reduction von Chlor-, Brom- und Jodsilber.¹

Organische Säuren, wie z. B. Citronensäure, sind hiebei der Fällung des Silbers nicht hinderlich, wie beispielsweise aus folgenden Analysen hervorgeht:

- a) 0·8444g Silbernitrat mittelst salzsaurem Hydroxylamin und Ätzkali gefällt, ergaben 0·5368g oder 63·58% (berechnet 63·53%) Silber.
- b) 0·9632g Silbernitrat wurden in citronensaures Silber übergeführt und sodann das Silber wie in a) bestimmt. Gefunden wurden 0·6118g oder 63·52% Silber.

Behufs Trennung des Silbers von anderen Metallen, z. B. Kupfer, fällt man das Silber als Chlorsilber und reducirt den durch Decantation gewaschenen Niederschlag durch Zusatz eines Stückchens Ätzkali und einiger Krystalle salzsauren Hydroxylamins; nach Zusatz von etwas Wasser wird rasch zum Sieden

¹ A. Lainer: Sitzungsberichte der kais. Akad. in Wien; Bd. XCVII., Abth. II. b. 1888.

erhitzt, sodann mit Wasser verdünnt und nach eingetretener Klärung filtrirt. Das durch Reduction erhaltene Silber wird mit heissem Wasser gewaschen etc.

II. Versetzt man eine Goldchloridlösung mit Ätzkali und salzsaurem Hydroxylamin, so wird fast sofort eine vollständige Abscheidung des Goldes erreicht.

15 cm^3 einer Goldchloridlösung mit dem Goldgehalte von 0.1257 g ergaben 0.1277 g Gold. Ein geringer Zusatz von Salpetersäure hinderte die Fällung in der durch Ätzkali alkalisch gemachten Goldchloridlösung nicht, während ein Gemisch von 2 cm^3 Salpetersäure und 1 cm^3 Salzsäure einen Goldverlust von 0.0021 g verursachte, welcher auch bereits durch das im directen Sonnenlichte röthlich schimmernde Filtrat angedeutet wurde.

Das Gold kann aus erwärmten, schwach salzsauren oder neutralen Lösungen seiner Salze auch ohne Zusatz von Ätzkali mittelst salzsaurem Hydroxylamin gefällt werden.

Diese Reduction geht selbst ohne Erwärmung und im Dunkeln vor sich, wird jedoch durch Wärme, sowie auch durch das Tageslicht in auffallender Weise beschleunigt.

Diese Methode der Fällung des Goldes mittelst salzsaurem Hydroxylamin ohne Ätzkali ist zur Trennung desselben von Alkali- oder Erdalkalichloriden vortrefflich verwendbar und liefert bei verhältnissmässig sehr kurzer Arbeitszeit vollkommen genaue Resultate, wie folgende Beispiele zeigen mögen:

- a) 50 cm^3 einer Goldchloridlösung mit einem Goldgehalte von 0.1677 g ergaben bei Anwendung dieser Methode der Fällung 0.1679 g Gold,
- b) 0.4012 g krystallisirtes wasserfreies Goldchloridkalium¹ mit einem Goldgehalte von 52.05% ergaben 0.2086 g oder 51.99% Gold. Das erhaltene Filtrat wurde eingedampft, getrocknet und geglüht; es ergab 0.0801 g oder 19.96% Kaliumchlorid (berechnet 19.73%).

In einer mittelst Cyankalium versetzten Goldchloridlösung war mit salzsaurem Hydroxylamin und Ätzkali keine Färbung zu erzielen; während dieselbe aus einer mit Natriumthiosulfat ver-

¹ Alex. Lainer, Sitzungsberichte der kais. Akad., Bd. XCIX, Abth. II b, 18890.

setzten Goldlösung vollständig gelang. (Eisenvitriol oder Oxalsäure vermögen bekanntlich das Gold aus genannter Lösung nicht abzuscheiden.)

Beispiel: 2 g Natriumthiosulfat wurden in wenig Wasser gelöst und 15 cm^3 einer Goldchloridlösung mit einem Goldgehalte von 0·1275 g zugesetzt. Die Analyse ergab 0·1276 g Gold.

Die hier mitgetheilten Methoden der Fällung des Silbers und Goldes können auch zur Wiedergewinnung des Silbers und Goldes aus den photographischen Rückständen verwendet werden, wobei jedoch statt des reinen salzsauren Hydroxylamins das käufliche Hydroxylamin hältige „Reducirsalz“ gebraucht wird.¹

¹ Siehe: „Mittheilungen über das salzsaure Hydroxylamin, das Reducirsalz und die Reducirlösung“, ferner „Wiedergewinnung des Silbers aus den photographischen Rückständen“ (Phot. Correspondenz 1890); „Zur Reduction der Silberückstände“ (Dingler's Journal 1890, S. 565).