LXIII.

Ammoniakgehalt des Gletschereises.

Horsford prüfte (Annal. der Chem. u. Pharm. Bd. LIX, Hft. 1, S. 113) das Eis eines Gletschers auf seinen Ammoniakgehalt. Am 22. Septbr. 1845 wurde ein Stück Eis vom Fusse des Glacier de Boisson, eines der beiden Enden des Mer de glace, aufgenommen und, mit Kochsalz in Tücher gepackt, nach Genf gebracht. Nach gehöriger Reinigung von dem Salze wurde das Eis geschmolzen, mit etwas Schwefelsäure bis zur sauren Reaction versetzt und darauf eingedampft und diese Flüssigkeit mit nach Giessen genommen. Die Untersuchung ergab einen Gehalt von einem Milliontheil Ammoniak vom Gewichte des Eises.

LXIV.

Ueber eine neue Methode, das Gold auf nassem Wege zu bestimmen.

Von

O. Henry.

(*Journ. de Pharm. et de Chim. Janv. 1847. III. Série, p. 5.*)

Den Vorgang bei der Vergoldung nach dem Elkington'schen Verfahren hat Hr. Barral so erklärt, dass das Goldchlorid $\text{Cl}_3 \text{Au}_2$, sobald es mit zweifach- oder anderthalb-kohlensaurem Kali bei Gegenwart von Kupfer in Berührung kommt, sich entweder in Chlorür Cl Au_2 oder in $\text{Cl}_2 \text{Au}_2$ verwandeln soll, welche Chlorverbindungen dann ihr Chlor an das Kupfer abtreten und somit das Gold an die zu vergoldenden Gegenstände absetzen. Das Kali nimmt dann je nach der Natur der Chlorverbindung Cl_2 oder Cl auf und bildet hierdurch ein oder zwei Aequivalente Chlorkalium, unterchlorigsaures und chlorsaures Kali. Die Kohlensäure wird frei und kommt dabei weiter nicht in's Spiel.

Es ist möglich, dass der Zusatz eines leicht zersetzbaren Alkalisalzes, dessen Säure auf das Gold nicht einwirkt, zu dem Goldchlorid Au_2Cl_3 , die Fällung des Goldes erleichtere, indem es dem frei werdenden Chlor eine Base darbietet, womit dieses sich verbinden kann.

Uebrigens ist die Wahl solcher Salze hierbei nicht gleichgültig, man muss bald dieses, bald jenes versuchen und die Concentration des Bades selbst verschieden abändern, um ein gutes Resultat zu erhalten.

Das Princip aber, welches Barral aufstellt, bleibt darum unverändert gültig; mag das Gold als Metallüberzug oder in pulverigem Zustande sich ausscheiden, immer muss eine dem Golde äquivalente Menge Kupfersich dafür auflösen.

Man muss hiernach vermuthen, dass sich die Menge Gold, welche in einem Bade gelöst ist, durch die Menge des an seine Stelle tretenden Kupfers, wenn man dieses letztere genau bestimmt, ermitteln lasse. Ich glaube, dass durch mein Verfahren, welches auf diesen Principen beruht, sich das Gold, welches sich auf die zu vergoldenden Metalle niederschlägt, sowohl wie das in einem Bade gelöste oder in einer Legirung enthaltene quantitativ bestimmen lasse. Seit zwei Jahren gemeinschaftlich mit den Herren Chevallier und Barral damit beschäftigt, eine grosse Anzahl prüfender Versuche über das Elkington'sche Verfahren des Vergoldens und Versilberns auszuführen, untersuchte ich eine grosse Menge vergoldeter Gegenstände und Bäder, welche zu Vergoldungen gedient hatten, wobei ich mich sehr häufig von der Schwierigkeit, geringe Mengen Gold genau zu bestimmen, überzeugte.

Hierdurch wurde ich darauf geführt, ein Verfahren der Bestimmung des Goldes ausfindig zu machen, welches auf Anwendung von Flüssigkeiten mit bekanntem Gehalte des Prüfungsmittels, wie bei den jetzt so häufig angewandten Methoden der Metallbestimmungen auf nassem Wege, beruht.

Man kann nun, wenn man das Gold eines vergoldeten Körpers bestimmen soll, auf folgende Weise verfahren.

Man behandelt die Vergoldung zuerst mit Salpetersäure, wodurch sich das Kupfer, welches meistens die Hauptmasse ausmacht, löst und das Gold metallisch zurückbleibt. Das Gold löst man in Königswasser, dampft die Lösung fast zur Trockne

und löst den Rückstand von Neuem in Wasser unter Zusatz des 5—6fachen Gewichtes von zweifach-kohlensaurem Kali. Man erhitzt hierauf und giesst die Flüssigkeit in ein Glas mit eingeschliffenem Glasstöpsel und fügt nun fein vertheiltes, durch Wasserstoff reducirtes Kupfer hinzu und schüttelt, bis alles Gold auf dieses Kupfer gefällt ist. Hierauf übersättigt man diese Flüssigkeit in sehr geringem Grade mit Schwefelsäure, um ein wenig ausgefälltes kohlensaures Kupferoxyd in Lösung zu erhalten, und fällt darauf das gelöste Kupfer aus der abfiltrirten Flüssigkeit mit einer bekannten Menge Kaliumeisencyanür. Hierzu verschafft man sich eine Lösung dieses Salzes, welche $\frac{1}{40}$ Kaliumeisencyanür enthält, indem man 1 Grm. desselben in 10 Grm. Wasser löst und darauf noch so viel Wasser zufügt, dass das Gewicht des Ganzen 40 Grm. beträgt, und man bedient sich bei dem Verfahren des Sulphhydrometers von Dupasquier und liest daran die verbrauchte Menge der Flüssigkeit ab.

100 Maasstheile dieser Flüssigkeit von $\frac{1}{40}$	entsprechen dann
bei dem genannten Instrumente	0,360 Grm. Kupfer,
oder	0,146 Gold.
Ein Grad des Instrumentes somit	0,0036 Kupfer,
oder	0,00146 Gold.

Will man das in einem Bade enthaltene Gold bestimmen, so muss man die nicht alkalische Flüssigkeit desselben zuerst mit einem Strom von Schwefelwasserstoff ausfällen, den ganzen Niederschlag sammeln, trocknen und ausglühen, hierauf mit Salpetersäure behandeln, das rückständige Gold in Königswasser lösen und wie vorhin verfahren.

Die Schärfe, mit welcher das Kaliumeisencyanür das Kupfer anzeigt, macht dieses Reagens zu diesem Zweck geeignet. Man beschleunigt indessen die Fällung des Kupfereisencyanürs dadurch, dass man in der Flüssigkeit, worin das Kupfer gelöst ist, noch Kochsalz auflöst.

Es wurden zur Prüfung dieses Verfahrens 2 Grm. reinen Kupfers in Salpetersäure aufgelöst; der Ueberschuss der Säure wurde verdampft und der Rückstand in Wasser gelöst. Bei Anwendung des obigen Instruments und der angegebenen Normalflüssigkeit entsprechen 79,2 Maasse der Lösung von Kaliumeisencyanür von $\frac{1}{40}$ Gehalt 0,2 Kupfer und 19,8 derselben 0,05 Kupfer.

Zur Goldprobe wurden 2 Grm. Gold in Königswasser aufgelöst und übrighens, wie oben angegeben, verfahren. Die Goldlösung wurde dann in mehrere Theile getheilt, von denen A 0,250, B 0,150, C 0,100 Grm. Gold enthielt.

	Maassteile der Normal- flüssigkeit.	Goldgehalt.
A erforderte im Mittel	31,3	
zeigte daher einen Goldgehalt von	„	0,2510
B erforderte im Mittel	18,7	
zeigte daher	„	0,1503
C erforderte	12,5	
entsprechend	„	0,1004

Diese Methode der Goldbestimmung ist, wie diese Versuche zeigen, genau, und es zeigen 100 Maasse der Normalflüssigkeit von $\frac{1}{40}$ Gehalt 0,8045 Gold an. Man muss bei Anwendung dieses Verfahrens Folgendes beobachten.

1) Muss das fein vertheilte Kupfer, welches man zur Fällung des Goldes anwendet, frei von Oxyd sein.

2) Muss man prüfen, ob nach der Behandlung der Goldflüssigkeit mit diesem fein vertheilten Kupfer das Gold auch wirklich ausgefällt ist, was man mit Hülfe von etwas Schwefeleisen, welches man zu einem kleinen Theile zu der auf ein Uhrglas gegossenen Flüssigkeit fügt, ermittelt.

3) Muss man die Sättigung der Goldlösung mit Schwefelsäure sehr genau herstellen.

4) Muss man die ganze Operation der Berührung mit Kupfer sowohl, als die der Lösung in zweifach-kohlensaurem Kali möglichst prompt bei gelinder Wärme vor sich gehen lassen; und

5) muss man die überhaupt nöthige Vorsicht in Beendigung des Zusatzes der Normalflüssigkeit durch tropfenweises Zufügen derselben beobachten.