

Trennung des Silbers, insbesondere von Blei.

Von **Ed. Donath**,

k. k. Adjunct der Lehrkanzel für Chemie und Probirkunde an der Bergakademie in Leoben.

(Vorgelegt in der Sitzung am 14. October 1880.)

Die Bestimmung des Silbers neben anderen Metallen ist fast immer sehr genau und bequem, nur bei Anwesenheit von Blei bietet dieselbe einige Schwierigkeiten. Bei der Fällung als Chlorsilber muss die Mitfällung von Chlorblei durch bekannte Mittel möglichst vermieden werden, die Abscheidung des Bleies als Bleisulfat ist bei einigermaßen grösseren Silbermengen wegen der Schwerlöslichkeit des Silbersulfates überhaupt nicht ausführbar und selbst bei geringeren Silbermengen ist dieselbe, wie in allen Fällen, wo wie hier kein Zusatz von Alkohol erfolgen darf, nicht genau.

Folgendes Verfahren gestattet eine sehr bequeme und scharfe Trennung des Silbers vom Blei. Versetzt man eine ammoniakalische Silberlösung mit (völlig reinem) Glycerin und erhitzt zum Kochen, so bleibt dieselbe ganz unverändert; nach Zusatz von Kali oder Natronlauge aber scheidet sich bei weiterem Erwärmen alles Silber als feines graues Pulver aus, mitunter, insbesondere bei grösseren Silbermengen sich an die Gefässwände spiegelnd anlegend. Diese Reaction ist sehr empfindlich. Wenn man eine Lösung, die ein Milligramm Silber enthält, nach dem Zusatz von Ammoniak, Glycerin und Kalilauge auf 60 CC. verdünnt und dann zum Kochen erhitzt, so ist noch ganz deutlich die Ausscheidung von Silber wahrzunehmen, welches abfiltrirt und gewogen werden kann. Versetzt man aber eine Silberlösung, die in dem gleichen Volum von 60 CC. ebenfalls ein Milligramm Silber enthält, mit einem Tröpfchen verdünnter Salzsäure, so ist zwar noch ein deutliches Opalisiren der Flüssigkeit zu bemerken, allein es gelingt selbst bei längerem Digeriren in der Wärme schwer oder gar nicht, eine völlige Ausscheidung des Chlorsilbers und Klärung der Flüssigkeit zu bewirken.

Versetzt man eine Bleilösung mit Glycerin und Ammoniak, so löst sich der entstehende Niederschlag beim Erwärmen, wenn auch schwierig, auf; bei Zusatz von Kali oder Natronlauge aber erfolgt selbstverständlich schon in der Kälte vollständige Lösung, welche beim Kochen ganz unverändert bleibt. Da nun aber aus ammoniakalisch-kalischer Lösung Silber durch Glycerin beim Erwärmen vollständig ausgeschieden wird, so ist damit eine genaue und bequeme Trennung des Silbers vom Blei ermöglicht. Zur Ausführung derselben versetzt man die (fast immer salpetersaure) Lösung der beiden Metalle in einem Becherglase oder zweckmässiger in einem geräumigen Porzellantiegel mit 4—5 CC. reinen Glycerins, sodann mit einem Überschuss von Ammoniak und 10—15 CC. concentrirter Kali- oder Natronlauge; hiebei erfolgt jedenfalls vollständig klare Lösung. Man erhitzt nun zum Kochen und erhält 3—5 Minuten bei dieser Temperatur, wobei man häufig mit dem Glasstabe umrührt, um namentlich bei grösseren Mengen Silbers das zu feste Anlegen desselben an die Gefässwände zu verhindern. Die Flüssigkeit wird nun vollständig abkühlen gelassen, das ausgeschiedene Silber abfiltrirt, zuerst mit kochendem Wasser, dann mit heisser verdünnter Essigsäure und schliesslich wieder mit kochendem Wasser gewaschen; es muss nach dem Glühen ganz hellweiss sein. Das Waschen mit heisser verdünnter Essigsäure ist erforderlich, um geringe Mengen von Blei, die bei der beim Waschen erfolgenden Verdünnung der Lösung durch Absorption von Kohlensäure herausfallen können, in Lösung zu bringen. In dem farblosen Filtrat wird nach der Neutralisirung desselben durch Essigsäure, das Blei durch Schwefelwasserstoff oder Schwefelammonium als Schwefelblei gefällt und in bekannter Weise bestimmt.

Diese Trennung des Silbers vom Blei ist desshalb noch anwendbarer, weil sie auch bei gleichzeitiger Anwesenheit von Kupfer und Wismuth ausgeführt werden kann, indem deren Oxyde ebenfalls in glyceriniger Kali- oder Natronlauge löslich sind. Die Ausführung der Trennung ist ganz gleich der vorher beschriebenen.

Schliesslich seien hier noch einige Versuchsergebnisse als Belege angeführt.

10 CC. einer Silbernitratlösung gaben Chlorsilber:

I. 0·0906 und II. 0·0904 Grm. entsprechend 0·0681 Grm. Silber.

25 CC. einer Bleiacetatlösung gaben 1·4975 Grm. PbS.

| | | | | |
|----------------|----|----------------|-----|--------------------|
| Mischungen von | 1. | 10 CC. Silber- | und | 25 CC. Bleilösung, |
| | 2. | 30 | " | " |
| | 3. | 1 | " | " |
| | 4. | 0·2 | " | " |

gaben nach beschriebener Methode:

| | | |
|----|--------|-------------|
| 1. | 0·0685 | Grm. Silber |
| 2. | 0·2068 | " " |
| 3. | 0·0069 | " " |
| 4. | 0·0018 | " " |

und

| | | |
|----|-----------------|-----------|
| 1. | 1·4982 | Grm. PbS. |
| 2. | 1·4960 | " " |
| 3. | 1·4965 | " " |
| 4. | nicht bestimmt. | |
